

ENTWICKLUNG UND BAU EINES REGISTRIERENDEN POLARISATIONSSPEKTROMETERS

Inaugural - Dissertation

zur

Erlangung der Doktorwürde

der

Fakultät für Chemie und Pharmazie

der

Albert-Ludwigs-Universität zu Freiburg i. Br.

vorgelegt von

Dirk Bergmann

aus

Osnabrück

1976

ENTWICKLUNG UND BAU EINES REGISTRIERENDEN POLARISATIONSSPEKTROMETERS

Inaugural - Dissertation

zur

Erlangung der Doktorwürde

der

Fakultät für Chemie und Pharmazie

der

Albert-Ludwigs-Universität zu Freiburg i. Br.

vorgelegt von

Dirk Bergmann

aus

Osnabrück

1976



Dekan: Prof. Dr. I. Hagedorn
Leiter der Arbeit: Prof. Dr. H. Zimmermann
Referent: Prof. Dr. H. Zimmermann
Korreferent:

Tag der Verkündung des Prüfungsergebnisses:

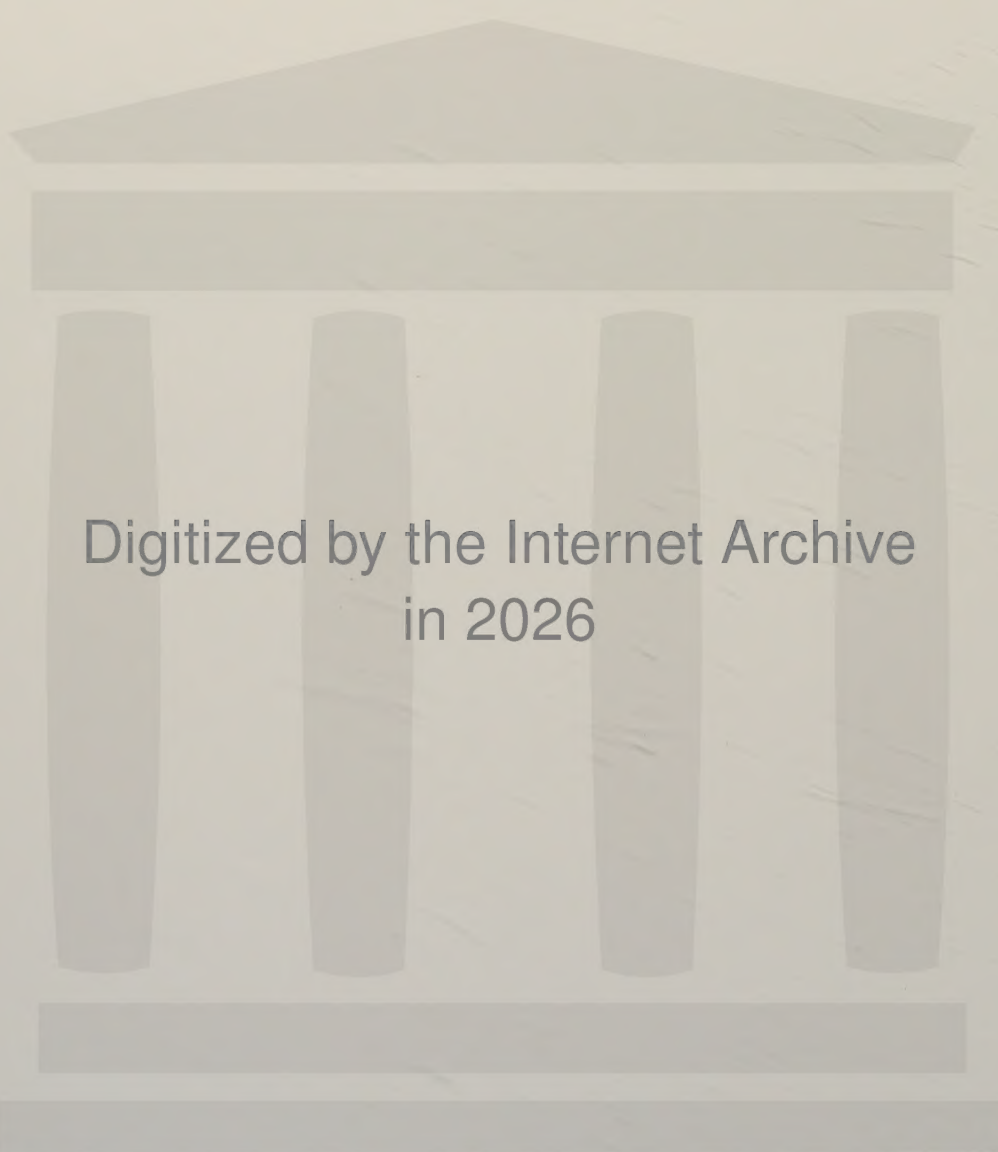
Die vorliegende Arbeit wurde in der Zeit vom Februar 1972 bis Dezember 1975 am Institut für Physikalische Chemie I der Universität Freiburg i. Br. unter der Leitung von Prof. Dr. Herbert Zimmermann ausgeführt.

Herrn Prof. Dr. Herbert Zimmermann danke ich herzlich für die Überlassung des Arbeitsplatzes und die wohlwollende Förderung der vorliegenden Arbeit.

Besonderen Dank schulde ich Herrn Dr. E. Ohmes für seine wertvolle Hilfe und Unterstützung bei der Ausführung dieser Arbeit.

Ebenso gilt mein Dank den Werkstätten des Instituts, Herrn W. Müller, Herrn B. Beyer und Herrn St. Friedrich, die wesentlich zum erfolgreichen Bau der Apparatur beitrugen.

Frau I. Ziegert danke ich für die Herstellung der Zeichnungen.



Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41545303_0005

Inhaltsverzeichnis

A	Einleitung und Aufgabenstellung	1
BI	Methode der Lumineszenzpolarisation	3
BII 1	Beschreibung der bisher angewandten Meßmethode	7
BII 2	Die neue Meßmethode	9
BIII	Elektronisches Blockschaltbild der gesamten Meßanordnung	12
BIV	Beschreibung der Schaltungen	14
BIV 1	Kurze Übersicht über einige häufig verwendete integrierte Schaltkreise	14
BIV 2	Erzeugung des Probensignals	21
BIV 2a	Vorverstärker	21
BIV 2b	Filter	22
BIV 2c	Hysteresefreier Schmitt-Trigger	25
BIV 3	Phasenmeßgerät	28
BIV 3a	Prinzip der digitalen Phasenmessung	28
BIV 3b	Vorwärts-Rückwärts-Dezimalzähler	29
BIV 3c	Vorwärts-Rückwärts-Steuerung des Hauptzählers	33
BIV 3d	Wahl der Meßzeiten	36
BIV 3e	Hauptsteuerung	39
BIV 3f	Testschaltung	42
BIV 4	Automatischer Wellenlängenvorschub	46
BIV 4a	Betriebsmöglichkeiten des automatischen Wellenlängenvorschubs	46
BIV 4b	Elektronisches Blockschaltbild	48
BIV 4c	Programm für internen Betrieb	49
BIV 4d	Erzeugung der Steuerbefehle	51
BIV 4e	Programmwerk	55
BIV 4f	Erzeugung des Strichsignals	57
BIV 4g	Zählung der Strichimpulse	59
BIV 4h	Vergleich zwischen Zählerstand, Anfangs- und Endwert	65
BIV 4i	Binärzähler für X-Achsen-Ansteuerung des Schreibers	67
BIV 4k	Erzeugung der QS-, Step- und WLC-Signale	69

BIV 4l	Erzeugung des Start-Signals	72
BIV 4m	Start-Stop- und Vorwärts-Rückwärts-Steuerung für Motor	72
BIV 4n	Motorsteuerung	75
BIV 4o	Federansteuerung	77
BIV 5	Spaltautomatik	79
BIV 6	Erprobung der Apparatur	84
BIV 6a	Eichung und Genauigkeit der Spektren	84
BIV 6b	Aufnahme der Spektren	90
BIV 7	Phosphoroskop	94
C	Zusammenfassung	97
	Literaturverzeichnis	99

A. Einleitung und Aufgabenstellung

Die Absorptionsspektroskopie im sichtbaren und ultravioletten Bereich ist ein wichtiges Hilfsmittel bei der Untersuchung der Elektronenstruktur von organischen Molekülen. Sie ermöglicht Aussagen über Energie und Intensität einer Absorptionsbande. Außer der Kenntnis dieser beiden Größen ist noch die Information über die räumliche Orientierung des zugehörigen Elektronenoszillators im Molekül nützlich. Bekanntlich treten in organischen Molekülen nur elektrische Dipol-Übergänge mit merklicher Intensität auf /1/. Den Dipol-Übergängen entsprechen sowohl nach der klassischen wie auch nach der wellenmechanischen Strahlungstheorie Elektronenoszillatoren bzw. Übergangsmomente mit bestimmter fester Orientierung innerhalb eines Moleküls /2/. Die Kenntnis dieser Orientierung erleichtert die Zuordnung der Absorptionsbanden wesentlich. Während Lage und Intensität einer Bande ohne Schwierigkeiten ermittelt werden können, ist die experimentelle Bestimmung der räumlichen Richtung eines Elektronenübergangs, der Polarisation der Bande, jedoch schwieriger. Durch Anregung mit linear polarisiertem Licht an ausgerichteten Molekülen ist es möglich, die Richtung der einzelnen Elektronenoszillatoren zu ermitteln. Es gibt eine Reihe von Möglichkeiten, eine Orientierung der Moleküle zu erreichen:

Durch Absorption von Molekülen an gestreckten Folien können Moleküle ausgerichtet werden /3/. Neuerdings sind durch Verwendung von Polyäthylenfolien gute Resultate erzielt worden /4, 5/. In Kristallen liegen ausgerichtete Moleküle vor. Die Polarisationsmessungen sind allerdings nur dann sinnvoll, wenn es sich um Kristalle handelt, die nur ein Molekül je Elementarzelle besitzen. Bei Wechselwirkung zwischen mehreren gleichartigen Molekülen in einer Elementarzelle spalten Elektronen- und Schwingungsterme auf und führen zu vielen benachbarten Banden verschiedener Polarisation (Dawydow-Aufspaltung) /6/. Dadurch entstehen linienreiche Spektren, deren Interpretation sehr schwierig ist.

Eine Ausrichtung von polaren Molekülen kann auch durch elektrische Felder herbeigeführt werden /2/.

Bei langgestreckten Molekülen kann eine Ausrichtung erreicht werden, indem man sie durch enge Kapillaren strömen läßt.

Diese verschiedenen Methoden lassen sich jedoch immer nur auf eine bestimmte Klasse von Molekülen anwenden.

Dagegen ist die Methode der Lumineszenzpolarisation universell anwendbar. Dabei werden in fester Lösung befindliche isotrop verteilte Moleküle mit linear polarisiertem Licht angeregt und die Polarisation der Fluoreszenz oder der Phosphoreszenz gemessen. Voraussetzung für die Anwendbarkeit dieser Methode ist die Lumineszenzfähigkeit der Moleküle in fester Lösung. Diese Bedingung ist aber bei den meisten organischen Verbindungen erfüllt. Wegen der universellen Anwendbarkeit dieser Methode wurde ein auf Grundlage der Lumineszenzpolarisation arbeitendes Spektrometer gebaut /7/. Jedoch müssen bei dieser Apparatur die Polarisationspektren punktweise ausgemessen werden. Dadurch gestalten sich die Messungen sehr langwierig und mühsam. Es ist daher wünschenswert, ein Spektrometer zur Verfügung zu haben, das die Polarisationsgradmessung vollautomatisch ermöglicht. Ziel dieser Arbeit ist es, ein solches Spektrometer zu entwickeln und aufzubauen. Dabei kann die optische Anordnung der bereits vorhandenen Apparatur übernommen werden. Der daher überwiegend elektronische Aufbau kann in vier Teile aufgegliedert werden:

1. Herstellung und Aufbereitung des Meßsignals.
2. Verarbeitung des Meßsignals zur Ermittlung des Polarisationsgrades auf Grundlage einer digitalen Phasenmessung.
3. Vollautomatische Steuerung der Wellenlängenvorschübe an zwei Monochromatoren.
4. Vollautomatische Steuerung des Spaltantriebes am Monochromator, um eine möglichst gute Auflösung zu erreichen.

Eine weitere Aufgabe besteht darin, die Apparatur mit einem Phosphoroskop auszustatten. Damit besteht die Möglichkeit, Emissionen nach Fluoreszenzen und Phosphoreszenzen zu trennen. Nach Fertigstellung der Apparatur sollen einige Substanzen, deren Spektren bekannt sind, vermessen werden, um die Leistungsfähigkeit der neuen Anordnung zu prüfen.

B I. Methode der Lumineszenzpolarisation

Bestrahlt man Moleküle mit linear polarisiertem Licht, so können nur die Moleküle angeregt werden, deren Absorptionsozillatoren eine Komponente parallel zum elektrischen Vektor des Anregungslichts haben. Da die Fluoreszenz nur aus dem untersten angeregten Singulettzustand erfolgt, ist der Absorptionsozillator der längstwelligen Absorptionsbande mit dem Emissionsozillator identisch. Er heißt Grundoszillator. Durch Lichtabsorption kann das Molekül jedoch auch in höhere Zustände angeregt werden, deren Elektronenoszillatoren zum Grundoszillator unter bestimmten Winkeln orientiert sind. Die Lichtemission verläuft jedoch nur über den Grundoszillator, zu dem die Energieabgabe strahlungslos erfolgt.

Arbeitet man mit glasartig erstarrten Lösungen, so daß die Moleküle während der Zeitspanne zwischen Absorption und Emission ihre räumliche Lage nicht ändern, so ist die Emission teilweise polarisiert.

Das Zustandekommen der Lumineszenzpolarisation veranschaulicht Abb. 1.

Bei den Darstellungen im linken Teil der Abbildung ist der Absorptionsozillator in der langen Molekülachse orientiert (Fall a), bei denen im rechten Teil in der kurzen (Fall b). Die Absorptionsintensität ist proportional zu $\cos^2 \alpha$, wobei α der Winkel zwischen dem E-Vektor und der Oszillatorrichtung ist. Im Fall a werden die Moleküle 1, 1' ganz, 2, 2' zum Teil und 3, 3' nicht angeregt. Die Emission erfolgt in beiden Fällen durch den Oszillator in der langen Molekülachse.

Die Intensität der Ausstrahlung ist proportional zur Absorptionsintensität des jeweiligen Übergangs. Ihre Richtungsverteilung wird vom Ausstrahlungsdiagramm des Hertz'schen Dipols bestimmt, wonach die Strahlungsintensität proportional zu $\sin^2 \beta$ ist. β ist der Winkel, den die Oszillatorrichtung mit der Strahlungsrichtung bildet.

Der Polarisationsgrad des Lumineszenzlichtes ist

$$p = \frac{I_p - I_s}{I_p + I_s} = \frac{1 - \rho}{1 + \rho}, \quad \rho = \frac{I_s}{I_p}$$

Dabei sind I_p und I_s die Komponenten des emittierten Lichts

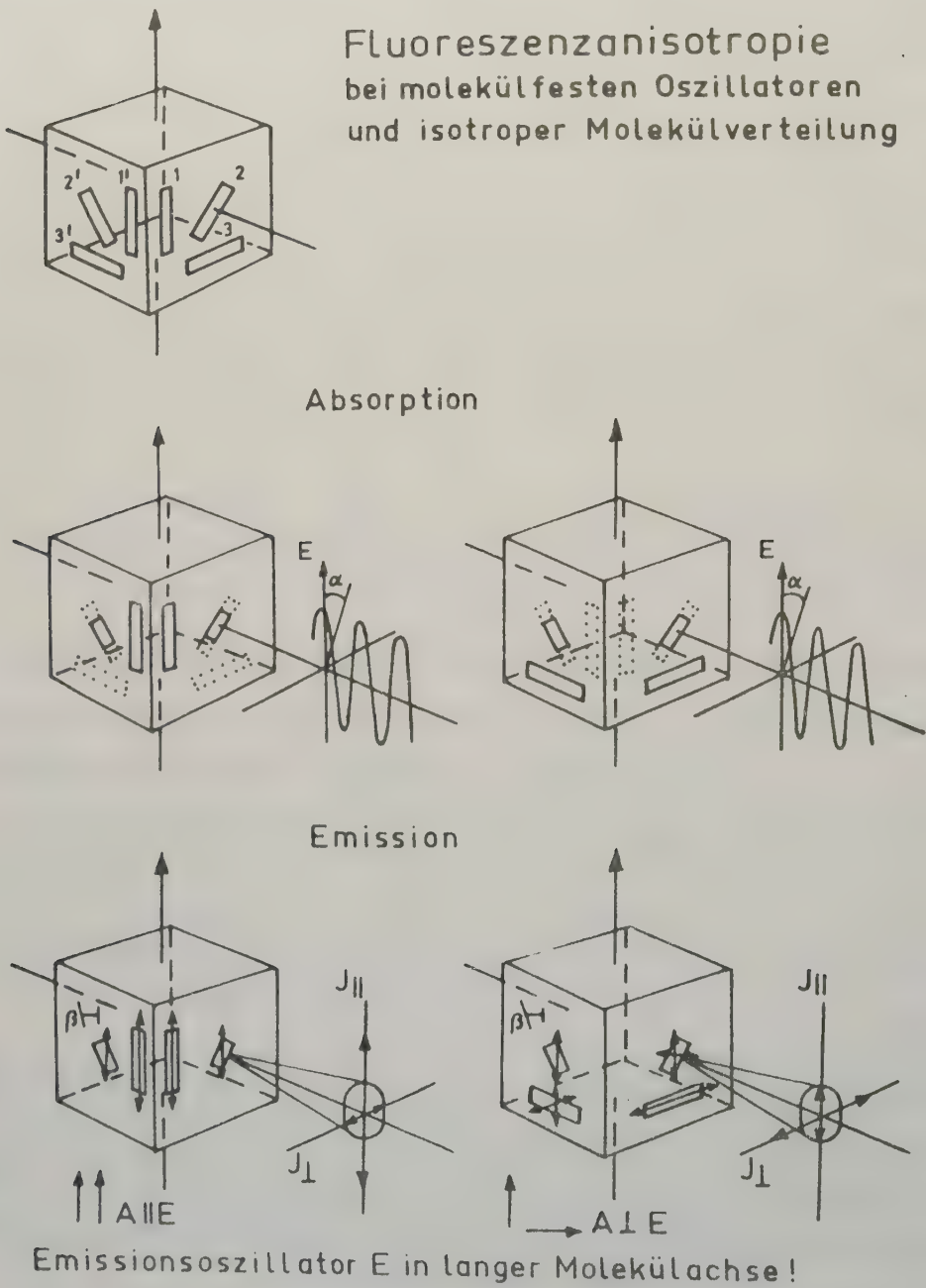


Abb. 1

parallel bzw. senkrecht zur Polarisationsrichtung des Erregerlichts;
 ρ wird der Depolarisationsgrad genannt.

Für das anschauliche Modell ergibt sich dann folgendes: Im Fall a emittieren die Moleküle 1, 1' parallel zu I_p , Molekül 2' ebenfalls, allerdings mit schwächerer Intensität, während für 2 eine Komponentenzerlegung vorgenommen werden muß. Insgesamt ergibt sich ein positiver Polarisationsgrad. Im Fall b lassen sich die Moleküle 2, 2' analog zum Fall a behandeln. Für Molekül 3 ergibt sich die Emission parallel zu I_s , während die Strahlung von 3' völlig depolarisiert ist. Im ganzen resultiert ein negativer Polarisationsgrad.

Als extreme Polarisationsgrade liefert die Theorie für völlig regellos verteilte, ebene Moleküle mit ein- und zweizähligen Symmetrieachsen in fester Lösung Werte von $P = 0.5$, wenn Absorptions- und Emissionsoszillator parallel liegen, und von $P = -1/3$, wenn sie senkrecht aufeinander stehen /8/.

Bei Winkeln zwischen 0 und 90 Grad nimmt der Polarisationsgrad Zwischenwerte an, die sich nach der Gleichung

$$P = \frac{3\cos^2\alpha - 1}{\cos^2\alpha + 3}$$

berechnen, wenn α der Winkel zwischen Absorptions- und Emissionsoszillator ist /8/.

Für ein Molekül mit drei- oder höherzähligen Symmetrieachse senkrecht zur Molekülebene sagt die Theorie eine Grenzpolarisierung von lediglich $P = 0.14$ voraus, die unabhängig von der Wellenlänge ist.

Innere und äußere Depolarisationsmechanismen verhindern jedoch, daß die theoretisch möglichen Polarisationsgrade erreicht werden.

Innere Depolarisation kann auftreten, wenn sich Absorptionsbanden verschiedener Polarisation überlagern. Die Bande größter Intensität bestimmt im allgemeinen Betrag und Vorzeichen des Polarisationsgrades P .

Äußere Depolarisationsmechanismen sind nicht auf den Bau und die Eigenschaften der Moleküle selbst zurückzuführen, sondern auf Einflüsse der

Umgebung. Dazu gehören die Rotationsdepolarisation. Wegen der zu geringen Viskosität des Lösungsmittels können die Moleküle während der Anregungszeit ihre räumliche Lage ändern. Ferner ist die Konzentrationsdepolarisation zu nennen, die durch eine Energiewanderung auf benachbarte, anders orientierte Moleküle hervorgerufen wird, wenn die Lösung zu konzentriert ist. Unterhalb einer Konzentration von 10^{-4} Mol/Liter spielt sie im allgemeinen keine Rolle mehr.

Alles, was hier über die Fluoreszenzpolarisation gesagt wurde, läßt sich sinngemäß auf die Phosphoreszenz und ihre Polarisation übertragen.

Für jede Lumineszenzart (Fluoreszenz und Phosphoreszenz) lassen sich zwei verschiedene Arten von Polarisationsgradspektren aufnehmen:

a) Absorptionspolarisationsspektren:

Der Polarisationsgrad des spektral zerlegten Emissionslichtes (vorzugsweise des aus der 0-0-Bande emittierten Lichts) wird in Abhängigkeit von der Erregerwellenlänge gemessen. Bei der Messung des Fluoreszenzlichtes erhält man das Absorptionspolarisationsgradspektrum bezogen auf die Fluoreszenz (APF), bei der Messung des Phosphoreszenzlichtes das Absorptionspolarisationsgradspektrum bezogen auf die Phosphoreszenz (APPh).

b) Lumineszenzpolarisationsspektrum:

Bei konstant gehaltener Erregerwellenlänge (vorzugsweise bei einer 0-0-Absorptionsbande) wird der Polarisationsgrad in Abhängigkeit von der Wellenlänge des spektral zerlegten Emissionslichtes gemessen. Im Bereich der Fluoreszenz erhält man das Fluoreszenzpolarisationsgradspektrum (FP), im Bereich der Phosphoreszenz das Phosphoreszenzpolarisationsgradspektrum (PhP).

II. 1. Beschreibung der bisher angewandten Meßmethode

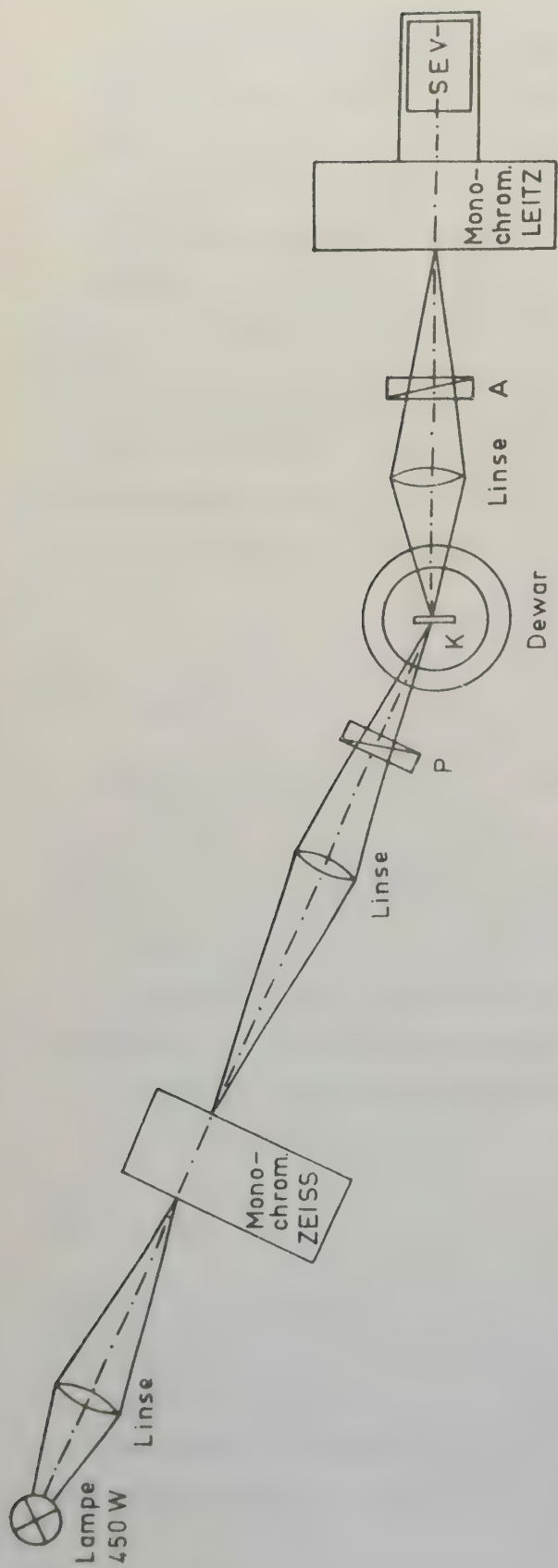
Zunächst soll kurz auf die Meßmethode bei der bereits vorhandenen Apparatur eingegangen werden. Der Aufbau der Apparatur ist schematisch in Abb. 2 dargestellt. Das Licht einer Xenon-Hochdrucklampe XB0 450 W wird von einem Zeiss-Monochromator M4QIII spektral zerlegt, durch ein Glan-Prisma P linear polarisiert und über eine Quarzlinse auf die Probe abgebildet. Die Substanz befindet sich in einem Tieftemperatureinsatz. Durch ein zweites Glan-Prisma, den Analysator A, gelangt das Lumineszenzlicht über eine weitere Quarzlinse auf den Eintrittsspalt eines Leitz-Monochromators. Nach der spektralen Zerlegung wird das Licht durch einen Multiplier in einen zur Lichtintensität proportionalen Strom verwandelt, dessen Stärke im Zeiss-Verstärker PMQII angezeigt wird. Um den Polarisationsgrad zu bestimmen, sind die Intensitäten des Emissionslichts in paralleler und senkrechter Stellung des Analysators bezüglich des Polarisators zu messen. Nach der Formel

$$p = \frac{I_p - I_s}{I_p + I_s} \quad (1)$$

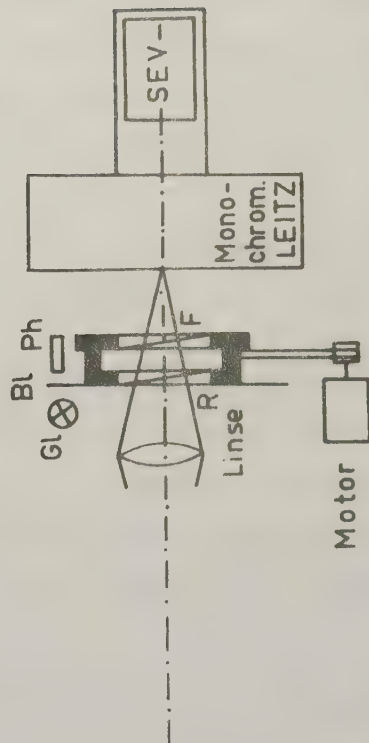
kann dann der Polarisationsgrad errechnet werden. Auf diese Weise muß dann das gesamte Spektrum punktweise ausgemessen werden. Nach Aufnahme des Spektrums müssen die Werte wegen der Eigenpolarisation der optischen Anordnung korrigiert werden. Zu diesem Zweck wird anstelle der Substanz ein Pergamentpapier als Depolarisator in den Probenhalter gebracht. Die Wellenlänge, die am Empfangsmonochromator einzustellen ist, muß mit der des anregenden Lichtes übereinstimmen. Das Verhältnis I_p/I_s , das im Idealfall eins wäre, gibt den Korrekturfaktor M an. Dadurch ändert sich die Formel (1) in:

$$p = \frac{1 - \varrho}{1 + \varrho} \quad \text{mit} \quad \varrho = M \cdot \frac{I_s}{I_p} \quad (2)$$

Das punktweise Ausmessen des Spektrum ist sehr langwierig. Weiterhin werden I_p und I_s zeitlich nacheinander gemessen; in der Zwischenzeit können sich die Versuchsbedingungen (z. B. Lampenintensität) geändert haben. Diese Nachteile werden durch die nun zu beschreibende neue Meßmethode vermieden. Das Prinzip ist bereits in einer von J. Dehler gebauten Apparatur angewendet worden [9/].



- Abk.: P Polarisator
 A Analysator
 K Küvettenhalter
 Gl Glühlampe
 Ph Photowiderstand
 Bl Blende
 R Rotierender Polarisator
 F Feststehender Polarisator



Prinzipieller Aufbau der Apparatur zur
 Messung von Polarisationsgradspektren.

2. Die neue Meßmethode

Im Strahlengang des Lumineszenzlichtes befindet sich statt des um 90° schwenkbaren Analysators A ein rotierender Analysator R und ein feststehender Polarisator F (Abb. 3). Der rotierende Analysator besteht aus einer in einer Halterung eingespannten Polarisationsfolie, die durch einen Synchronmotor auf eine Umdrehungsfrequenz von 6.5 Hz gebracht wird. Der feststehende Polarisator ist um 45° gegen den Polarisator für das Anregungslicht gedreht.

I_p bzw. I_s seien die Intensitäten des Emissionslichtes mit paralleler bzw. senkrechter Polarisation gegenüber dem Erregungslicht (Abb. 3). Nennen wir die Intensitäten des Lichts, das aus dem Analysator bzw. dem feststehenden Polarisator austritt I' und I'' . I' setzt sich additiv aus I_p und I_s zusammen. Mit $\alpha = \omega t$, wobei ω die Winkelgeschwindigkeit des Analysators ist, errechnen sich I' und I'' zu:

$$I' = I_p \cos^2 \alpha + I_s \sin^2 \alpha = \frac{1}{2} (I_p + I_s) + \frac{1}{2} (I_p - I_s) \cos 2\omega t$$

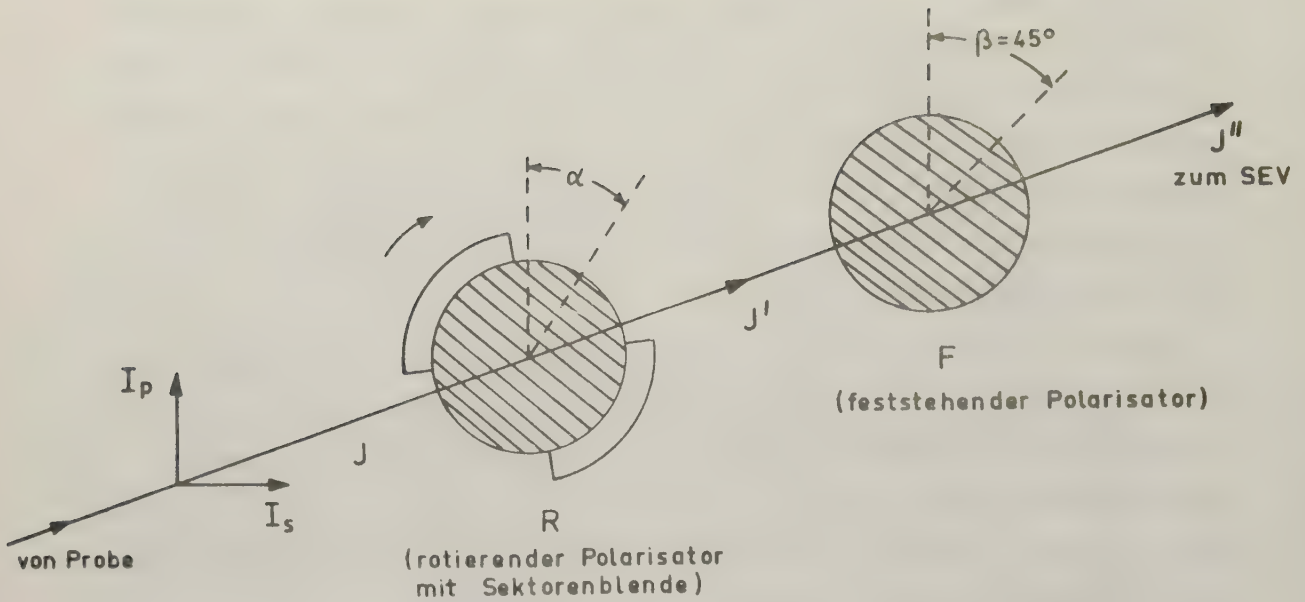
$$I'' = I' \cos^2(\alpha - 45^\circ) = I' \cos 2(\alpha - 45^\circ) + I' \sin^2(\alpha - 45^\circ) \quad (*)$$

$$= I' \sin 2\alpha + I' \sin^2(\alpha - 45^\circ) = \frac{1}{2} (1 + \sin 2\omega t)$$

Setzt man I' in (*) ein, ergibt sich:

$$I'' = \frac{1}{4} \left[(I_p + I_s) + (I_p - I_s) \cos 2\omega t + (I_p + I_s) \sin 2\omega t + \frac{1}{2} (I_p - I_s) \sin 4\omega t \right]$$

I'' setzt sich also aus drei Anteilen zusammen: Einem Gleichlichtanteil und zwei Wechsellichtanteilen der Frequenzen 2ω bzw. 4ω . Durch geeignete elektronische Filterschaltungen, auf die noch einzugehen sein wird, werden der Gleichlichtanteil und der Wechsellichtanteil der Frequenz



Anordnung der Polarisatoren im Strahlengang des Lumineszenzlichtes

Abb. 3

4ω vernichtet. Für die weiteren Überlegungen betrachten wir daher nur noch das Licht der Frequenz 2ω . Dieses besteht aus einer Cosinuswelle mit der Amplitude $A = 1/4 \cdot (I_p - I_s)$ und einer Sinuswelle mit der Amplitude $B = 1/4 \cdot (I_p + I_s)$. Als Gesamtschwingung entsteht eine phasenverschobene Sinuswelle mit der Amplitude

$$C = \sqrt{A^2 + B^2} = 1/4 \sqrt{2} \sqrt{I_p^2 + I_s^2}$$

Die Phasenverschiebung beträgt $\varphi = \arctan A/B = \arctan \frac{I_p - I_s}{I_p + I_s}$

Da im Argument des Tangens gerade der Polarisationsgrad P erscheint, ist die Phasenverschiebung mit P über die einfache Gleichung

$$P = \tan \varphi \quad (2)$$

gekoppelt. Da P nur die Werte zwischen $-1/3$ und $+1/2$ annehmen kann, läßt sich die Tangensfunktion durch eine Gerade annähern, die mit der Funktion (2) die Punkte $P = \pm 1/3$ und $P = 0$ gemeinsam hat (Abb. 4). Eine einfache Rechnung zeigt, daß die Abweichung von der Tangensfunktion höchstens $P = 0.01$ beträgt. Es kommt nun darauf an, die Phasenverschiebung in eine ihr proportionale Gleichspannung umzuwandeln. Damit bestünde zwischen dieser Spannung und dem Polarisationsgrad innerhalb der Meßgenauigkeit ein linearer Zusammenhang. Eine Registrierung der Polarisationswerte wäre dann möglich. Um die Phasenverschiebung meßtechnisch zu erfassen, muß ein Referenzsignal erzeugt werden. Die Phasenlage des Meßsignals wird dann auf dieses Referenzsignal bezogen. Die Herstellung dieser Bezugswelle erfolgt durch eine Sektorenblende, die mit dem rotierenden Polarisator verbunden ist. Die Blende unterbricht mit der Frequenz 2ω einen Lichtstrahl, der auf einen Photowiderstand gerichtet ist. Dadurch entsteht eine 13 Hz Rechteckwelle.

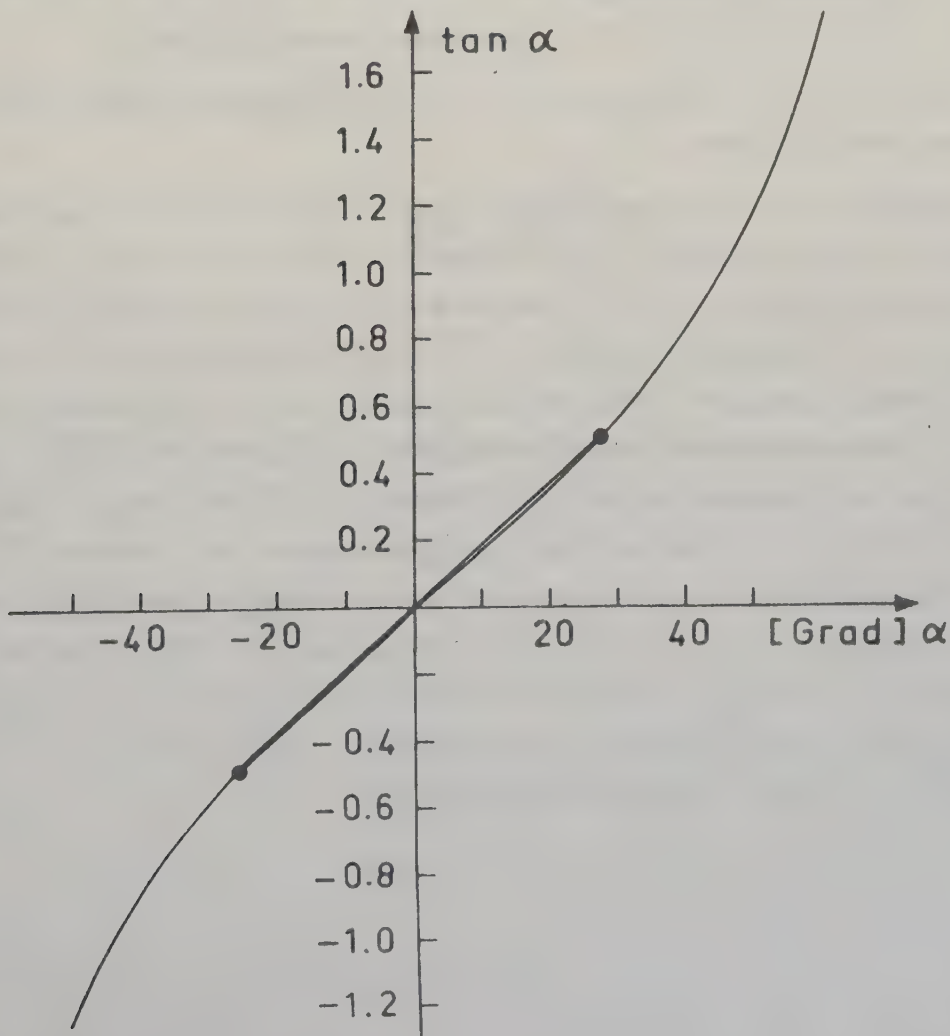


Abb. 4

III. Elektronisches Blockschaltbild der gesamten Meßanordnung

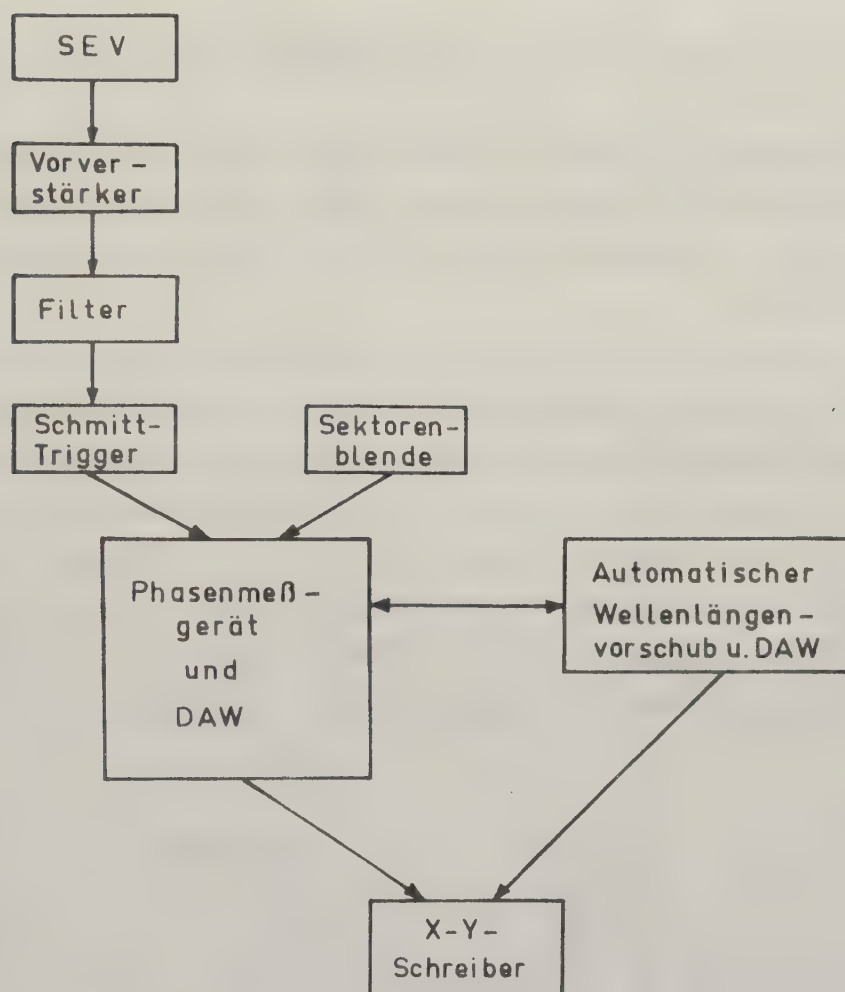
Die Messung des Polarisationsgrades erfolgt also durch Bestimmung der Phasenlage von zwei Wellen, dem 13 Hz-Probensignal und dem 13 Hz-Referenzsignal.

Das Blockschaltbild (Abb. 5) veranschaulicht die Wirkungsweise des elektronischen Teils der Apparatur.

Der Multiplier SEV liefert das stark verrauschte Probensignal. Es ist daher schwierig, das 13 Hz-Signal sauber herauszufiltern. Zu diesem Zweck wird zunächst das Multipliersignal vorverstärkt. Gleichzeitig werden in diesem Vorverstärker hochfrequente Rauschkomponenten stark geschwächt. Danach wird das Signal in einer Filterschaltung verarbeitet und nochmals verstärkt. Das Filter dient dazu, die 26 Hz-Welle (siehe Abschnitt B II 2) und weitere höhere Frequenzen zu vernichten. Das nun sauber vorliegende Probensignal wird in einem hysteresefreien Schmitt-Trigger in eine phasengleiche Rechteckschwingung umgeformt.

Das Referenzsignal entsteht bereits als Rechtecksignal durch die rotierende Sektorenblende.

Die Phasenlage dieser beiden Rechteckschwingungen wird in einem Phasenmeßgerät digital ermittelt. Nach wahlweise einer, zehn oder 100 Umdrehungen des Analysators R (Abb. 3) wird eine Zählrate angegeben, die proportional zur Phasenverschiebung ist. Die Zählrate wird mittels eines Digital-Analog-Wandlers (DAW) in eine proportionale Gleichspannung gewandelt, die die Y-Achse eines X-Y-Schreibers steuert. Über das Prinzip der digitalen Phasenmessung wird in Abschnitt IV 3a berichtet. Nach jeder Einzelmessung muß die Wellenlänge am Monochromator neu eingestellt werden. Dies geschieht mit einem von uns entwickelten automatischen Wellenlängenvorschub. Eine der eingestellten Wellenzahl proportionale Gleichspannung sorgt für die X-Achsen-Steuerung des Schreibers. Nach dem Einstellen einer neuen Wellenzahl wird über die Steuereinheit des Phasenmeßgeräts eine neue Phasenmessung gestartet.



Blockschaltbild der gesamten Meßanordnung

Abb. 5

IV. Beschreibung der Schaltungen

1. Kurze Übersicht über einige häufig verwendete integrierte Schaltungen (IC).

In diesem Abschnitt soll etwas Grundsätzliches über einige häufig benutzte Schaltelemente gesagt werden. Nähere Einzelheiten technischer Art findet man in den Datenblättern für die entsprechenden integrierten Schaltkreise /11/.

Das Grundprinzip beim Aufbau digitaler Geräte besteht in der mehrfachen Anwendung logischer Grundschaltungen. Entsprechend der Problemstellung müssen diese Grundschaltungen verknüpft werden. Die dabei auftretenden logischen Variablen können nur zwei diskrete Werte annehmen, die als 0 oder 1 bezeichnet werden. Zwischen diesen Variablen gibt es drei grundlegende Verknüpfungen: Die AND-Funktion, die OR-Funktion und die Inversion. An den folgenden Wahrheitstafeln lassen sich die Ergebnisse nach Anwendung der jeweiligen Funktion auf die Variablen A bzw. B ablesen.

AND: $X=A \cdot B$

A	B	X
0	0	0
0	1	0
1	0	0
1	1	1

OR: $X=A + B$

A	B	X
0	0	0
0	1	1
1	0	1
1	1	1

INVERSION: $X=\bar{A}$

A	X
0	1
1	0

Die Regeln für die Rechenoperationen entstammen der Bool'schen Algebra. Sie sind zum Beispiel in /12/ nachzulesen.

Die Darstellung der Variablen geschieht durch elektronische Schaltungen, die zwei diskrete Zustände besitzen. Sie werden "low-level" bzw. "high-level" genannt. (Kurz L bzw. H). Die logischen Grundfunktionen lassen sich durch entsprechende elektronische Schaltungen realisieren. Solche Schaltungen nennt man Gatter. Sie haben einen oder mehrere Eingänge und einen Ausgang. Es gibt mehrere Möglichkeiten, diese Funktionen zu erzeugen. Deshalb gibt es Schaltsymbole, die nur die logische Verknüpfung angeben und nichts über den Bau des Schaltelements aussagen. Im folgenden

sind häufig verwendete Verknüpfungen mit den entsprechenden Symbolen und Wahrheitstabellen angegeben.

AND

$$X = A \wedge B$$

A	B	X
L	L	L
L	H	L
H	L	L
H	H	H



OR

$$X = A \vee B$$

A	B	X
L	L	L
L	H	H
H	L	H
H	H	H



NAND

$$X = \overline{A \wedge B}$$

A	B	X
L	L	H
L	H	H
H	L	H
H	H	L



NOR

$$X = \overline{A \vee B}$$

A	B	X
L	L	H
L	H	L
H	L	L
H	H	L



INVERSION

$$X = \overline{A}$$

A	X
L	H
H	L



Der Punkt an den Ausgängen der Gatter deutet an, daß der Ausgangszustand invertiert wird. In diesen Beispielen sind nur Gatter mit zwei Eingängen A und B angegeben. Grundsätzlich kann die Zahl der Eingänge eines Gatters beliebig groß sein; die Wahrheitstafeln sind dann entsprechend zu erweitern. Bei den verwendeten TTL-Integrierten Schaltungen (IC) entsprechen

die beiden logischen Zustände folgenden Spannungen /11/:

L : 0 Volt bis ca. 0.6 Volt

H : 2.1 Volt bis 5 Volt.

Flip - Flops

Sehr wichtige Schaltelemente der digitalen Elektronik sind Flip-Flops. Darunter versteht man bistabile Kippstufen. Da sie sehr häufig Verwendung finden, gibt es fertige integrierte Schaltungen. Sie bestehen aus geeigneten Verknüpfungen der logischen Funktionen. Zwei in dieser Arbeit oft verwendeten Flip-Flop-Typen seien kurz angeführt.

J-K-Flip-Flop

Schaltsymbol:

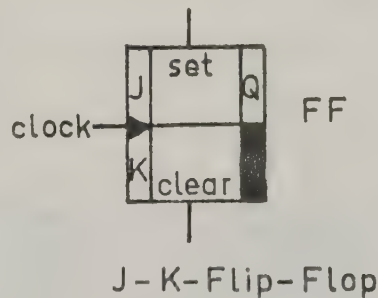


Abb. 6

Das J-K-Flip-Flop besitzt zwei Vorbereitungseingänge (J und K), einen Clock-Eingang und zwei gegenseitig invertierte Ausgänge (Q und $\bar{Q}$). Anhand der folgenden Wahrheitstabelle erkennt man die Wirkungsweise dieses Schaltelements.

Eingänge bei t_n		Ausgang bei t_{n+1}	
J	K	Q	
L	L	Q_n	Low-Signal am clear-Eingang setzt Q auf low-level.
L	H	L	
H	L	H	Low-Signal am set-Eingang setzt Q auf high-level.
H	H	$\bar{Q}_n$	

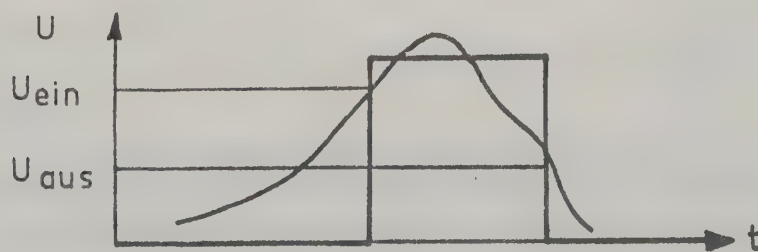
Hierin bedeuten t_n irgendein Zeitpunkt vor, t_{n+1} irgendein Zeitpunkt nach dem Clockimpuls. Liegen L und K beide auf L, so bleibt der Ausgang auf seinem ursprünglichen level (Speicherzustand). Liegen beide Eingänge auf H, so ändert sich der Ausgangszustand mit jedem Clockimpuls.

D-Flip-Flop

Das D-Flip-Flop oder auch Speicher-Flip-Flop unterscheidet sich vom aufwendigeren J-K-Flip-Flop dadurch, daß es nur einen Vorbereitungseingang besitzt. Nach jedem Clockimpuls wird die Information, die am D-Eingang liegt, zum Ausgang weitergegeben.

Schmitt-Trigger und Monoflop

Der Schmitt-Trigger ist eine Schaltung, deren Ausgang zwei definierte Zustände annehmen kann. Der Ausgang "kippt", falls die Eingangsspannung den Schwellwert U_{ein} erreicht. Das "Zurückkippen" erfolgt, wenn die Eingangsspannung die Spannung U_{aus} unterschreitet.

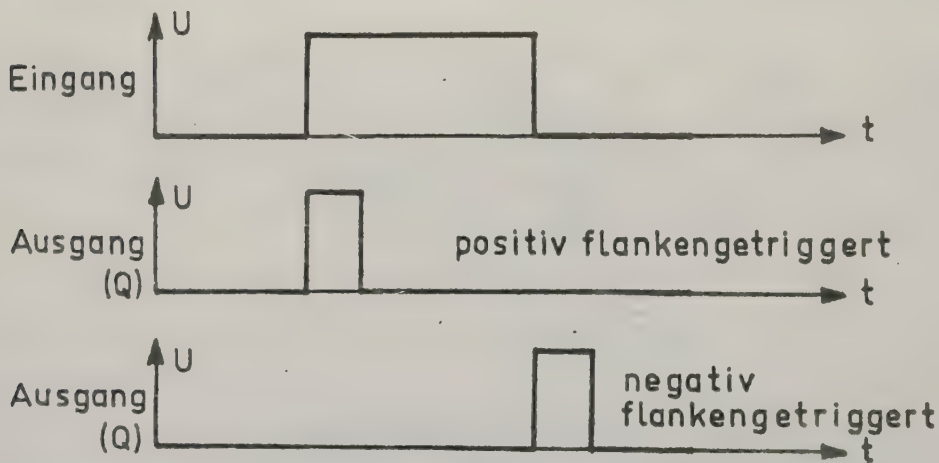


Schaltwellen beim Schmitt-Trigger

Beispielsweise kann durch solch eine Schaltung aus einem Sinussignal ein scharfes Rechtecksignal erzeugt werden /10/.

Das Monoflop (MF) eignet sich dazu, Impulse bestimmter Länge herzustellen. Wenn ein Signal den Eingang des Monoflops erreicht, entsteht am Ausgang ein Impuls genau definierter Länge. Je nach Wahl des Eingangs wird der Impuls durch die auf- oder absteigende Flanke des Eingangssignals ausgelöst. Die Dauer des Ausgangsimpulses hängt von der Wahl des Kondensators C und des Widerstandes R ab, die extern vom Monoflop zugeschaltet sind. In guter Näherung gilt /11/:

$$\Delta t \approx 0.3 R C (1 + 0.7/R), \quad R \text{ in } K\Omega, C \text{ in pF.}$$



Impulsdiagramm des Monoflops

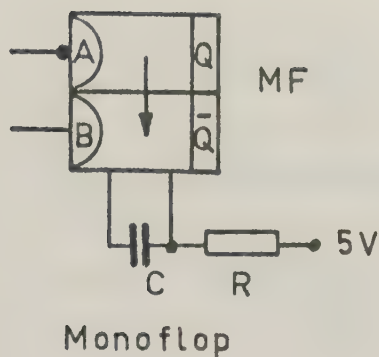


Abb. 9

Im folgenden ist die Wahrheitstafel für das Monoflop SN74123 angegeben.

Bedeutung der Symbole:

- X = Beliebiger Zustand
 ↑ = Wechsel von L auf H
 ↓ = Wechsel von H auf L
 ⌂ = Impuls definierter Länge

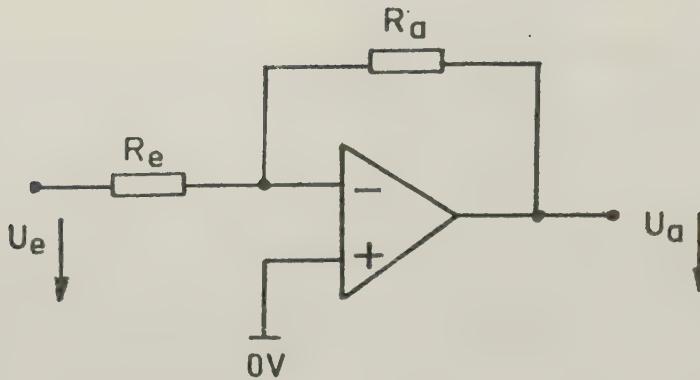
Wahrheitstafel

A	B	Q
L	↑	⌂
↓	H	⌂
H	X	L
X	L	L

Durch Hintereinanderschalten zweier Monoflops können Impulse zeitlich verzögert werden.

Operationsverstärker

Ein Operationsverstärker dient dazu, Spannungen und Leistungen zu verstärken. Die Grundsaltung eines Operationsverstärkers im invertierenden Betrieb zeigt die folgende Abbildung.



Grundschtaltung des Operationsverstärkers

Abb. 10

Die Verstärkung beträgt in guter Näherung /13/

$$v = - \frac{U_a}{U_e} = \frac{R_a}{R_e}$$

Der Vorteil bei der Anwendung von Operationsverstärkern liegt darin, daß sich die Verstärkung in einfacher Weise durch das Widerstandsverhältnis R_a/R_e festlegen läßt. Näheres über Operationsverstärker findet man in /14/.

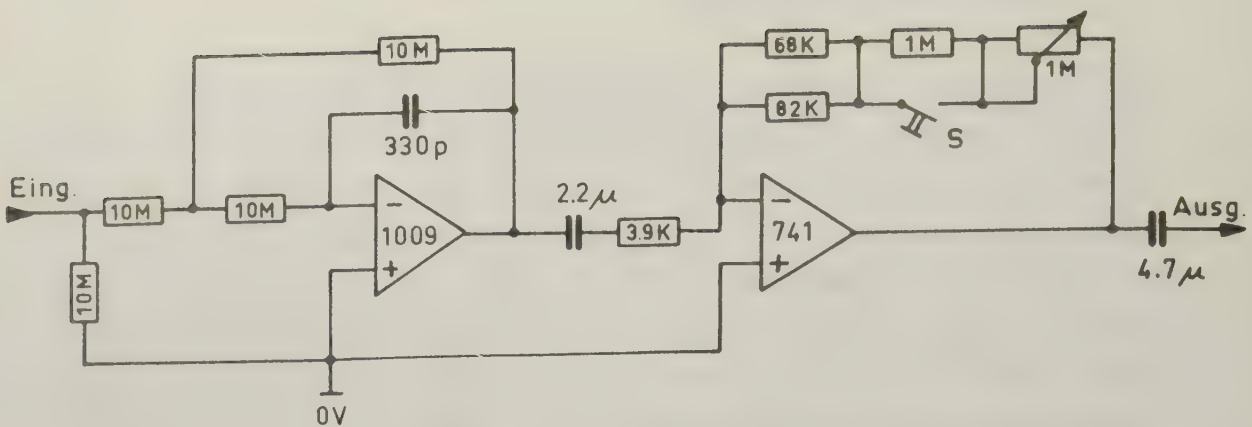
2. Erzeugung des Probensignals

Am Ausgang des Multipliers liegen außer einem Gleichstromanteil das 13 Hz-Probensignal, eine 26 Hz-Sinuswelle sowie erhebliche Rauschkomponenten niedriger und höherer Frequenzen vor. Daraus ist die 13 Hz-Schwingung herauszufiltern und in ein Rechtecksignal umzuwandeln. Dabei ist darauf zu achten, daß keine unkontrollierbaren Phasenverschiebungen entstehen. Beispielsweise darf die Höhe des Probensignals keinen Einfluß auf die Phasenlage der gefilterten Sinusschwingung haben. Durch die Hintereinanderschaltung dreier elektronischer Baustufen ist dies recht schwierige Problem gelöst worden. Diese sind: Der Vorverstärker, das Filter und der hysteresefreie Schmitt-Trigger. Ihre Schaltungen werden in diesem Abschnitt ausführlich beschrieben.

a) Vorverstärker

Abb. 11 zeigt den Aufbau des Vorverstärkers. Er ist unmittelbar dem Multiplier nachgeschaltet. Um die Schaltbilder übersichtlich zu halten, wurde auf das Einzeichnen der Versorgungsspannung und des Offsetabgleichs verzichtet.

Der erste Operationsverstärker wirkt als Impedanzwandler. Diese Stufe ist notwendig, da der SEV-Ausgang extrem hochohmig ist. Der Kondensator im Rückkopplungszweig stellt zusammen mit dem parallelgeschalteten $10\text{ M}\Omega$ - Widerstand einen Tiefpaß dar. Dadurch wird hochfrequentes Rauschen abgeschwächt. Im zweiten Teil der Schaltung erfolgt die Spannungsverstärkung. Die Widerstände im Rückkopplungszweig des zweiten Operationsverstärkers können durch Potentiometer und Umschalter in weiten Grenzen variiert werden. Dadurch läßt sich die Verstärkung zwischen vier- und 200 fach einstellen.



Vorverstärker

Abb. 11

b) Filter

Die zweite Schaltstufe hat die Aufgabe, die 26 Hz-Schwingung und restliche Rauschanteile zu löschen. Dabei können nur Schaltungen verwendet werden, die drei Bedingungen erfüllen.

- 1.) Der 26 Hz-Anteil muß ausreichend gedämpft werden.
- 2.) Resonanzen im 13 Hz-Bereich müssen vermieden werden.
- 3.) Die Phasenlage des Ausgangssignals darf nicht von der Amplitude der Eingangsspannung abhängig sein.

Die übliche selektive Filterung läßt sich hier nicht anwenden, da Eigenschwingungen des Filtersystems bei der erforderlichen schmalen Bandbreite kaum zu verhindern sind.

Statt dessen wurde ein Tiefpaß zweiter Ordnung (Abb. 12) mit anschließendem inversen Filter (Abb. 13) gebaut. Das inverse Filter, auch Sperrfilter genannt, läßt alle Frequenzen außer 26 Hz passieren. Die Bandbreite dieses Filters ist sehr gering, so daß zwei Sperrfilter mit etwas versetzten Resonanzen hintereinandergeschaltet werden mußten. Dadurch ist die Ausfilterung auf $26 \text{ Hz} \pm 1/2 \text{ Hz}$ verbreitert worden. Zwischen Tiefpaß und Sperrfilter erfolgt eine Verstärkung durch OP3. Die beiden

Tiefpässe in Abb. 12 werden durch die Operationsverstärker OP 1 und OP 2 gebildet. Es handelt sich dabei um aktive Filter mit Mehrfachgegenkopplung über C 2 und R 3 bzw. C 4 und R 4. Die Gegenkopplung dient dazu, ein stärkeres Abfallen des Frequenzganges nach höheren Frequenzen hin zu erreichen. Die anschließende Verstärkung über OP 3 kann durch das am invertierenden Eingang liegende Potentiometer Pt 3 etwas variiert werden.

Hauptbestandteil des inversen Filters (Abb. 13) bildet die Wien-Robinson-Brücke. Die Ausgangsspannung des Wien-Robinson-Filters liegt zwischen den Meßpunkten Mp. 1 und Mp. 2. Sie wird durch den Operationsverstärker OP 5 verstärkt. OP 5 arbeitet hier als Subtrahierer. Die Unterdrückungsgüte des Wien-Robinson-Filters beträgt etwa $1/3 \cdot 15$. Das ist für unsere Zwecke zu schlecht. Deshalb ist hier durch Gegenkopplung über R 10 und OP 4 die Filtercharakteristik wesentlich verschärft worden. Die Sperrfrequenz des Filters läßt sich über die Potentiometer Pt 5 und Pt 6 einstellen. Die Wahl des Minimums der Filterkurve läßt sich mit Pt 7 vornehmen.

Das zweite inverse Filter arbeitet analog; es ist mit den Operationsverstärkern OP 6 und OP 7 bestückt. Am Ausgang des inversen Filters liegt das 13 Hz-Probensignal sauber vor. Eigenschwingungen im 13 Hz-Bereich sind durch Verwendung eines 26 Hz-Filters anstelle eines 13 Hz-Bandpasses vermieden worden. Unkontrollierbare Phasenverschiebungen treten nicht auf.

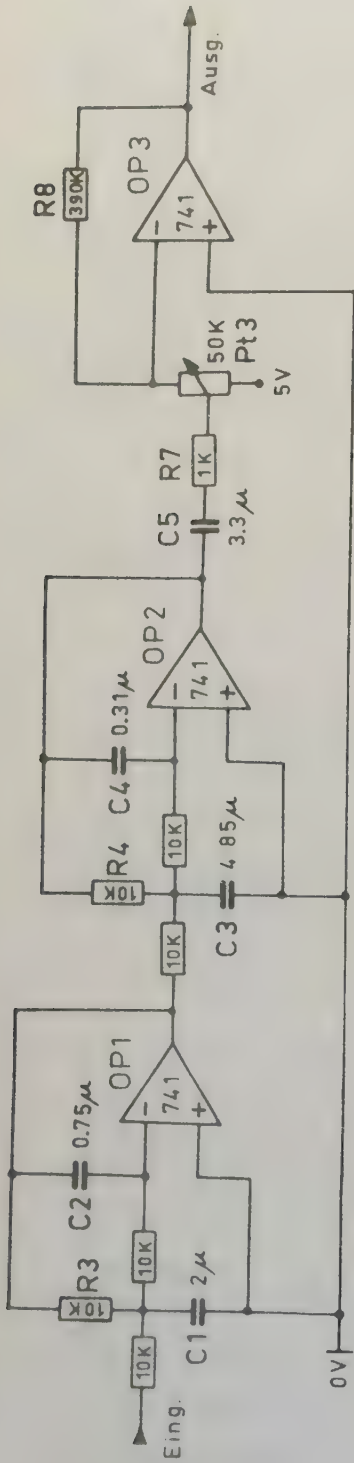


Abb. 12

Tiefpaß zweiter Ordnung mit Verstärkung

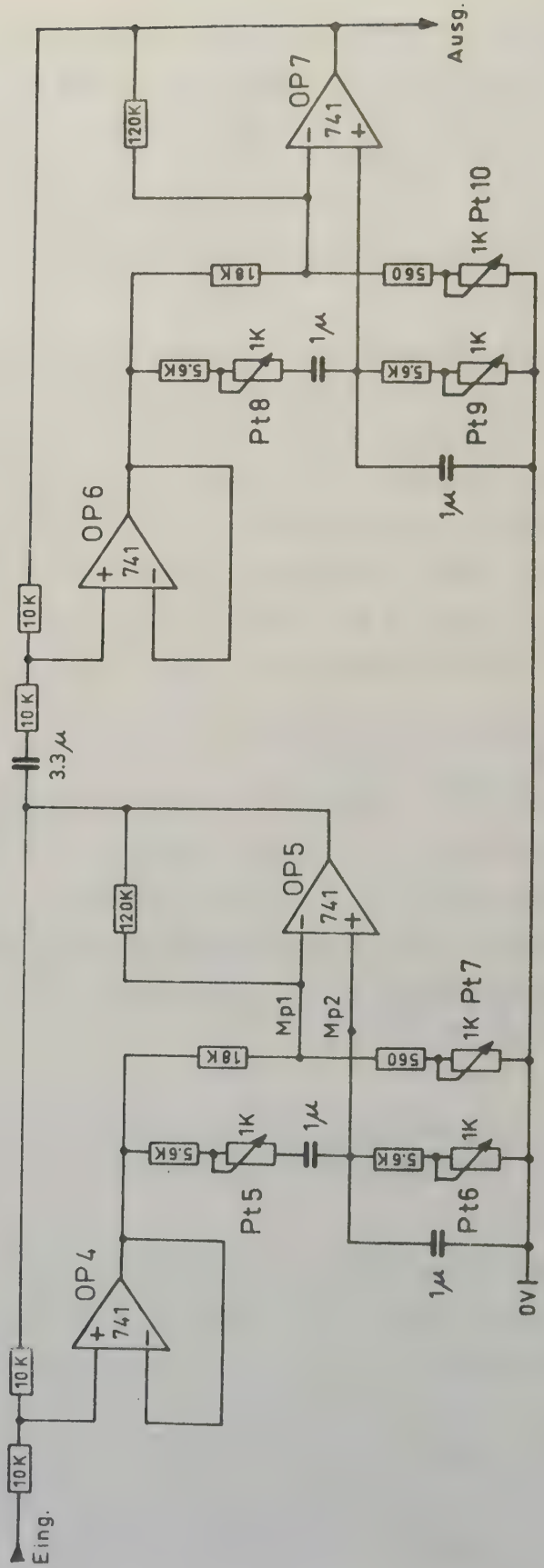


Abb. 13

Inverses Filter

c) Hysterese freier Schmitt-Trigger

Das nun sauber vorliegende Sinussignal muß zur Messung der Phasenlage bezüglich der Referenzschwingung in ein Rechtecksignal umgewandelt werden. Dabei müssen die Flanken des Rechtecksignals mit den Nulldurchgängen des Probensignals übereinstimmen. Ein üblicher Schmitt-Trigger kann nicht verwendet werden, da die Phasenlage des Ausgangssignals infolge der Hysterese von der Amplitude des Eingangssignals abhängt. Ebenso wenig ist es möglich, die Sinuswelle sehr hoch zu verstärken und nach oben hin zu begrenzen. Denn dann würden die Operationsverstärker übersteuert und es können Phasenverschiebungen entstehen. Diese Nachteile bestehen nicht, wenn die Erzeugung des Rechtecksignals mit einem hysterese freien Schmitt-Trigger vorgenommen wird /16/.

Die Schaltung eines solchen Schmitt-Triggers zeigt Abb. 15. Der Transistor T 1, an dessen Basis das Eingangssignal liegt, wirkt als Impedanzwandler. Um eine genügende Stromverstärkung zu erreichen, ist T 2 als Emitterfolger nachgeschaltet. Der darauffolgende Schmitt-Trigger besteht aus einem Operationsverstärker OP 1 und der positiven Rückkopplung über R 7, R 8 und R 6. Dieser Schmitt-Trigger unterscheidet sich von den gewöhnlichen dadurch, daß Ansprechschwelle und Hysterese unabhängig voneinander eingestellt werden können /16, 17/. Mit R 3 läßt sich die Ansprechschwelle festlegen. Die Einstellung des Potentiometers R 8 bestimmt die Hysterese. Durch geeignete Wahl der Potentiometereinstellungen kann erreicht werden, daß die Abschaltflanke des Schmitt-Triggers genau in den zweiten Nulldurchgang fällt. (Siehe Impulsdiagramm in Abb. 14). Damit liegt am Ausgang des Operationsverstärkers eine Rechteckspannung, deren Abschaltflanke unabhängig von der Höhe des Eingangssignals ist. Es ist nun erforderlich, die Aufstiegsflanke des Rechtecksignals in den ersten Nulldurchgang des Sinussignals zu legen. Gelingt dies, so ist es nicht mehr schwierig, ein symmetrisches mit der Sinuswelle phasengleiches Rechtecksignal zu erzeugen. Zu diesem Zweck wird das Eingangssignal mit dem in Gegenkopplung geschalteten Operationsverstärker OP 2 invertiert. Die Verstärkung beträgt eins.

An Mp. 1 und Mp. 2 liegen damit gleichgroße, aber gegenphasige Sinussignale. Nach Mp. 2 folgte ein Schmitt-Trigger in analoger Schaltung wie im oberen Teil der Schaltung. Die Potentiometer R 19 und R 24 müssen nun so eingestellt werden, daß die Abschaltflanke des Schmitt-Triggers genau in den zweiten Nulldurchgang des Signals an Mp. 2 fällt. Da aber das Signal an Mp. 2 dem Eingangssignal gegenphasig ist, fällt die Abschaltflanke in den ersten Nulldurchgang des Eingangssignals.

Es stehen nunmehr an den Ausgängen der Operationsverstärker zwei Flanken zur Verfügung, die genau mit den Nulldurchgängen des Eingangssignals zusammenfallen. Diese Impulse werden über Spannungsteiler und Transistoren zur Stromverstärkung auf ein R-S-Flip-Flop gegeben, bestehend aus G1 und G2. Am Ausgang des Flip-Flops liegt somit ein symmetrisches Rechteckssignal, das der Sinuswelle phasengleich ist.

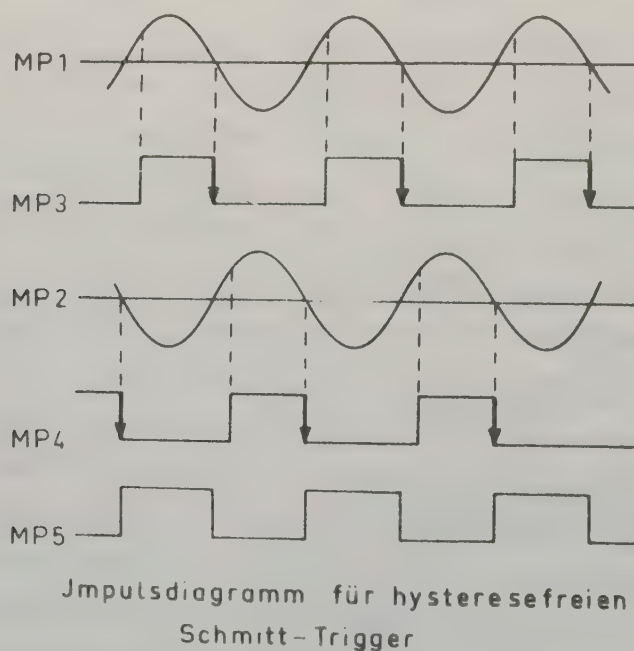


Abb. 14

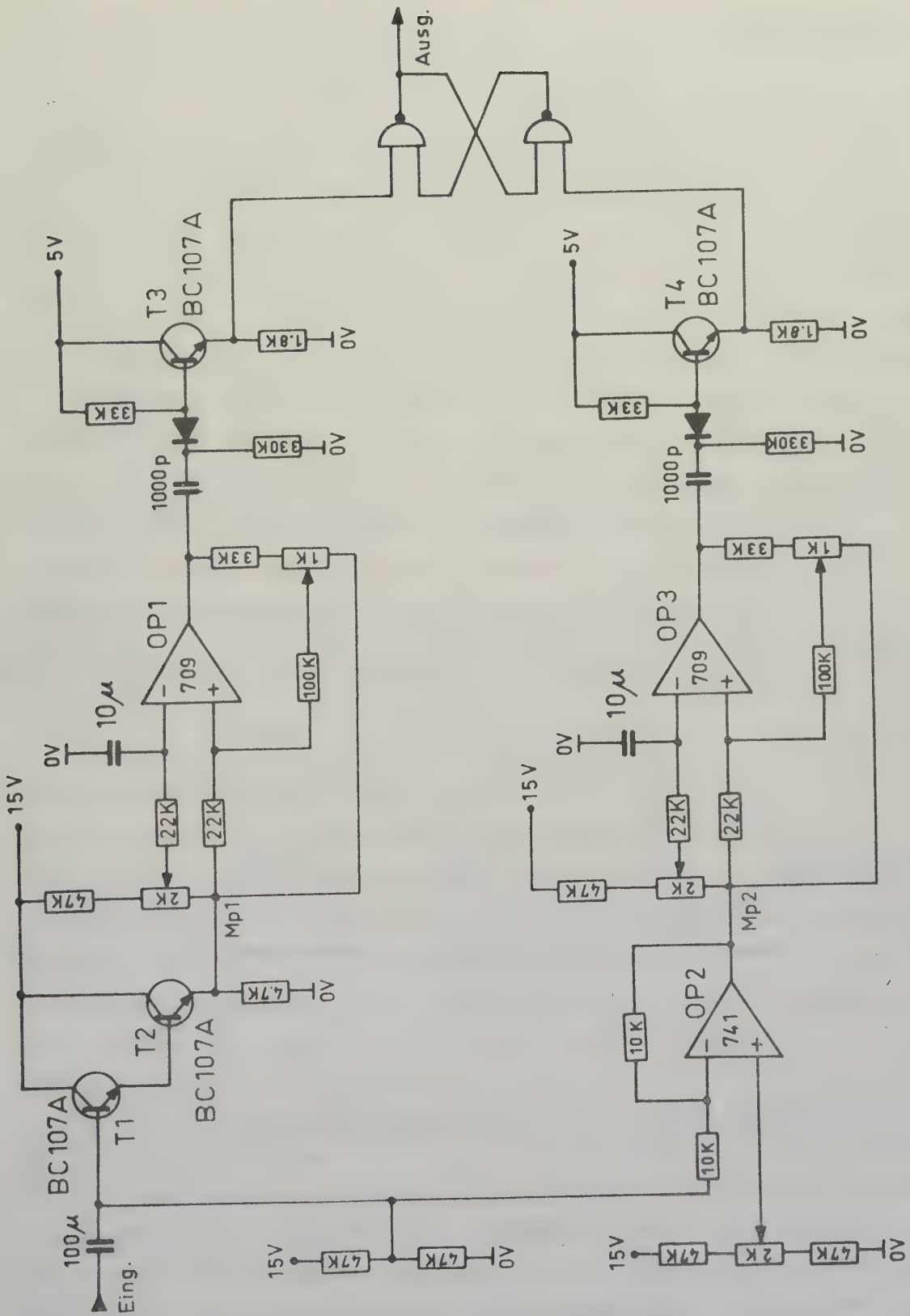


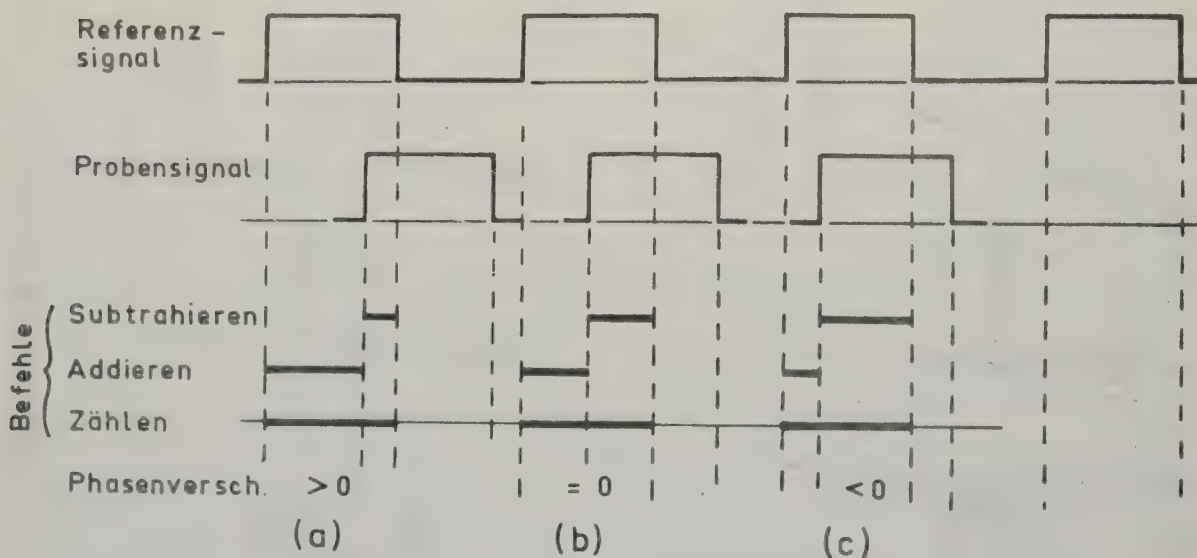
Abb. 15-

Hysteresefreier Schmitt-Trigger

IV 3. Phasenmeßgerät

a) Prinzip der digitalen Phasenmessung

Es stehen nun zwei 13 Hz-Rechtecksignale zur Verfügung, deren Phasenlage zueinander bestimmt werden muß. Diese wird wie folgt gemessen: Ein Impulsgenerator erzeugt Impulse konstanter Frequenz. Diese Impulse werden während der Dauer einer Einzelmessung von einem Zähler gezählt. Aus dem Proben- und Referenzsignal wird abgeleitet, ob die Impulse zum Zählerstand addiert oder von diesem subtrahiert werden sollen. Das Schema in Abb. 16 gibt an, wie die Arbeitsweise des Zählers von der jeweiligen Lage der beiden Rechtecksignale abhängt. Das Referenzsignal startet und stoppt den Zähler. Nur wenn dieses Signal auf H liegt, wird gezählt. Durch das Probensignal wird bestimmt, ob die Impulse addiert oder subtrahiert werden sollen.



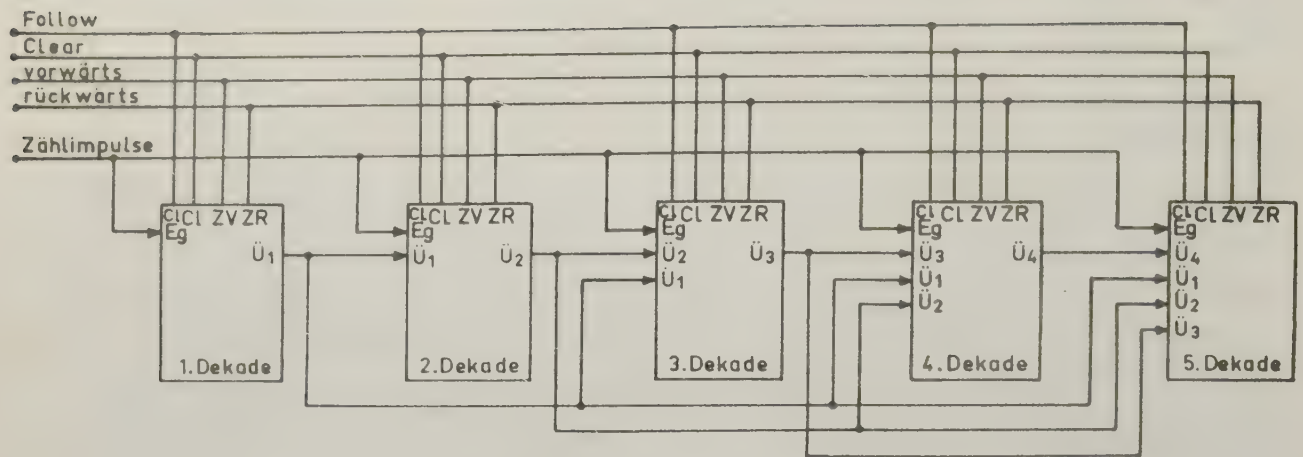
Prinzip der digitalen Phasenmessung

Abb. 16

In der Abbildung sind drei verschiedene Phasenlagen als Beispiele angegeben. Im Fall (a) liegt das Probensignal während der Zählperiode (Referenzsignal auf H) längere Zeit auf L als auf H. Das bedeutet, daß die Impulse während längerer Zeit addiert als subtrahiert werden. Es entsteht eine positive Zählrate. Bei der Lage der Signale im Fall (c) ist es gerade umgekehrt: Die Zählrate ist negativ. Im Beispiel (b) wird während gleicher Zeiten addiert und subtrahiert. Die Zählrate wird Null. In diesem Fall soll die Phasenverschiebung auch Null sein. Diese Definition ist sinnvoll, da dann die Phasenverschiebung proportional zur Zählrate wird. Durch Verdrehen der Polarisationsrichtung des rotierenden Analysators gegen die Sektorenblende läßt sich erreichen, daß der Zählerstand Null ist, wenn auch die Phasenverschiebung Null beträgt. Eine Einzelmessung erfolgt während der Dauer von wahlweise einer, zehn oder 100 Umdrehungen der Sektorenblende. Das bedeutet, daß das Referenzsignal in dieser Zeit zwei-, zwanzig- oder 200 mal H-level angenommen hat. (Die Sektorenblende besitzt zwei Sektoren). Nach entsprechender Anzahl der Umdrehungen wird die Gesamtzählrate in einem Speicher abgespeichert und angezeigt. Der Zählerinhalt wird gelöscht und eine neue Messung kann beginnen.

b) Vorwärts-Rückwärts-Dezimalzähler

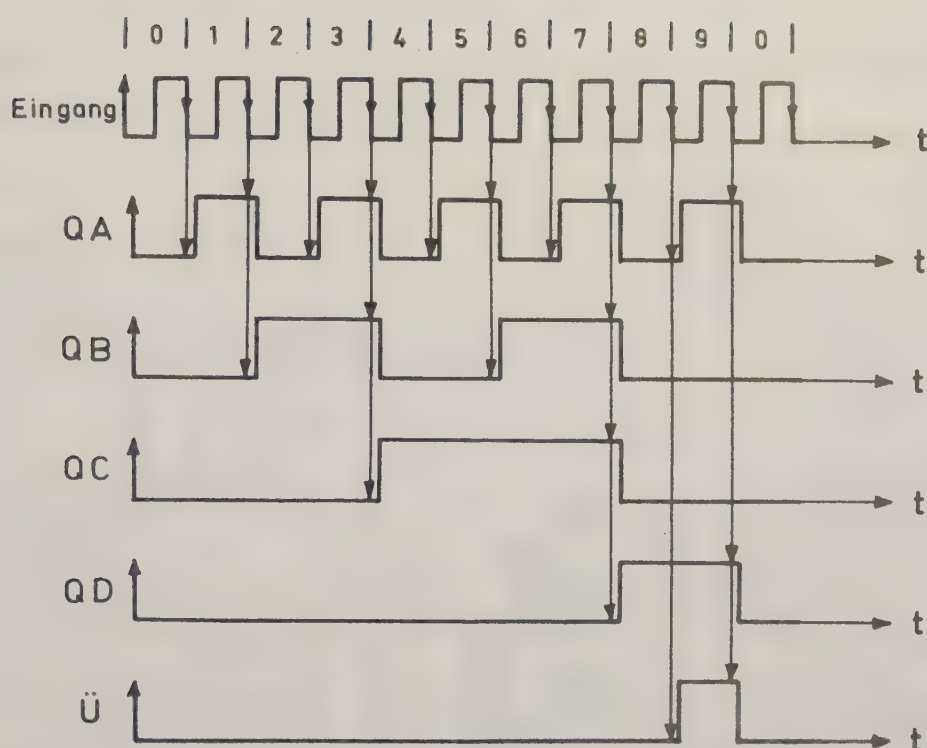
Wie aus dem letzten Abschnitt hervorgeht, müssen bei der digitalen Phasenmessung Impulse gezählt werden. Das erfolgt durch einen fünfstelligen Vorwärts-Rückwärts-Dezimalzähler /18/. Die Frequenz der Zählimpulse beträgt 12500 Hz. Die höchste Zählrate tritt auf, wenn Proben- und Referenzsignal zueinander invers sind, da dann nur in einer Richtung gezählt wird. (siehe auch Abb. 16). Bei 100 Umdrehungen des Polarisators (längste Meßzeit) wird während der Dauer von 7.7 sec. ($= 1/2 \cdot 1/13 \cdot 200$ sec.) gezählt. Das entspricht einer Zählrate von etwa 96000. Deshalb besteht der Zähler aus fünf Dezimalstellen. Abb. 17 zeigt das Blockschaltbild des Zählers. Die Zählimpulse gehen parallel auf die Eingänge jeder Dekade. Die Übertragssignale sind ebenfalls parallel geführt. Durch synchrone Arbeitsweise ist ein sicherer Betrieb auch bei hohen Zählgeschwindigkeiten gewährleistet. Das rechtfertigt die etwas aufwendigere Schaltung im Vergleich



Blockschaltbild des fünfstelligen Vorwärts-Rückwärts-Dezimalzählers.

Abb. 17

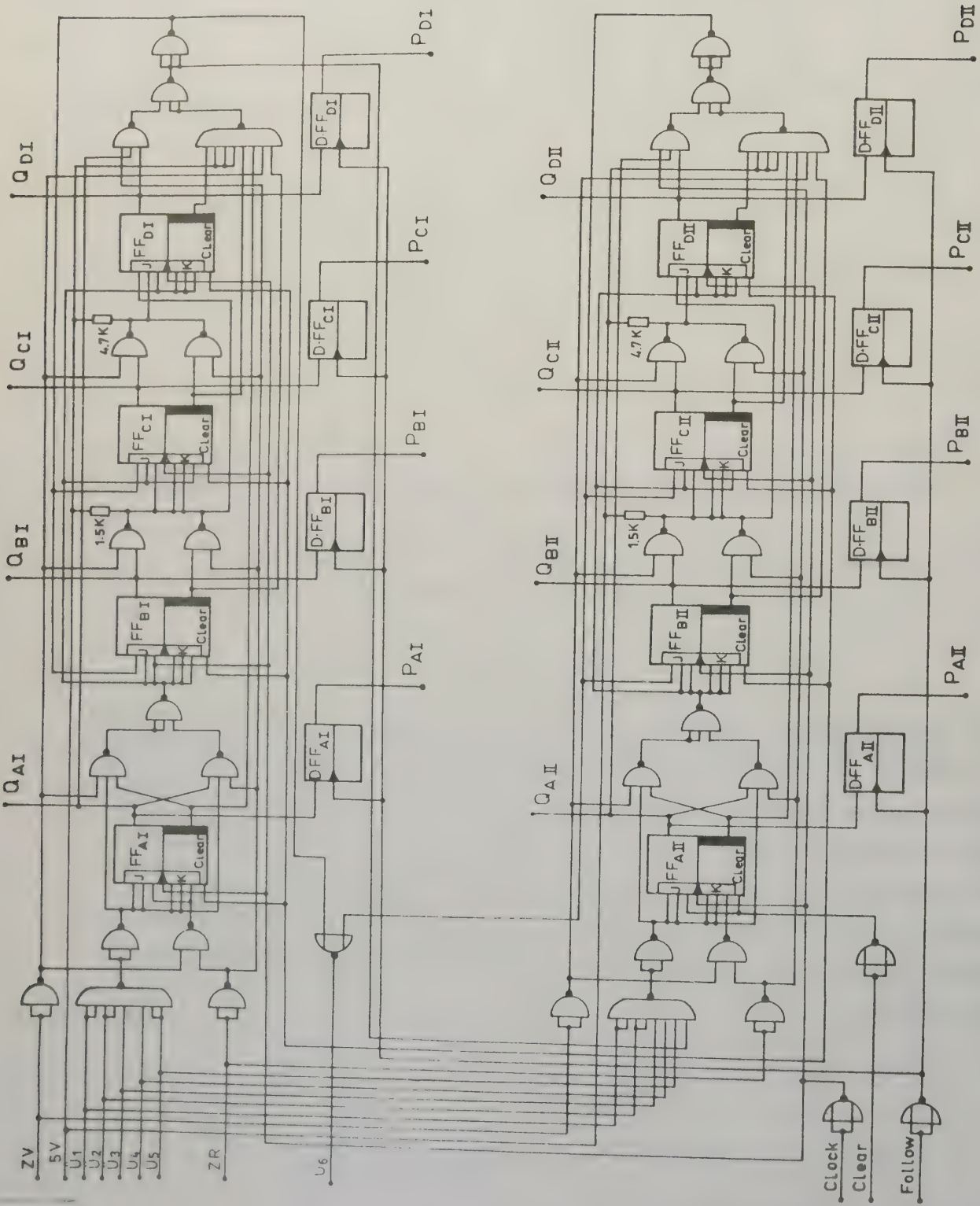
zu asynchronen Zählern. Die genaue Anordnung des Zählers ist aus Abb.19 zu ersehen. Es sind zwei Dekaden zusammengefaßt. Denn die dazu erforderlichen integrierten Schaltkreise finden gerade auf einer Platine Platz. Jede Dekade besteht aus vier J-K-Flip-Flops, die durch Gatter miteinander verbunden sind. Das Impulsdiagramm für Vorwärtzzählen zeigt Abb. 18, die zugehörige Codetafel Abb. 20. Das Übertragungssignal erscheint bei Vorwärtzzählung, wenn der Zählerstand neun beträgt. Bei Rückwärtzzählung ist dies bei Null der Fall. Dadurch kann beim folgenden Takt das erste Flip-Flop der nächsten bzw. der vorhergehenden Dekade kippen.



Impulsdiagramm des Vorwärts-Rückwärts -
Dezimalzählers für Vorwärtzzählen

Abb. 18

Die Q-Ausgänge der J-K-Flip-Flops geben den augenblicklichen Zählerstand an. Dieser ist aber für die Zähleranzeige und den Digital-Analog-Wandler bedeutungslos. Denn erst nach jeder Einzelmessung soll der Zählerinhalt optisch angezeigt und in eine analoge Spannung gewandelt werden. Deshalb müssen die Q-Ausgänge zunächst an die Eingänge von D-Flip-Flops gegeben werden. Liegt an den Clock-Eingängen dieser Flip-Flops ein H-Signal, so wird die Information, die am D-Eingang liegt, zum Ausgang übertragen.



Vorwärts-Rückwärts - Dezimalzähler für zwei Dekaden

Abb. 19

Auf diese Weise ist es möglich, den Zählerstand erst auf einen "Follow"-Impuls hin, der von der Hauptsteuerung (siehe Abschnitt IV c 5) nach Beendigung einer Einzelmessung erzeugt wird, der Anzeige und dem Digital-Analog-Wandler (DAW) zu übermitteln.

Flipflop		D	C	B	A
Wertigkeit		8	4	2	1
Zugeordnete Dezimalziffer	0				
	1				
	2				
	3				
	4				
	5				
	6				
	7				
	8				
	9				

Kodetabelle für
Dezimalzähler

Abb. 20

c) Vorwärts-Rückwärts-Steuerung des Hauptzählers

Wie aus dem Schema der Abl. 16 zu sehen, sollen die Zählimpulse aufaddiert werden, falls das Probensignal auf H liegt; anderenfalls sollen sie voneinander subtrahiert werden. Die Befehle "Addieren" und "Subtrahieren", die durch das inverse Probensignal bzw. durch das direkte Probensignal gebildet werden, können nicht unmittelbar den Dezimalzähler steuern. Dieser muß beispielsweise vorwärts zählen, falls addiert werden soll und der Zählerstand positiv ist, oder wenn subtrahiert werden soll und der Zählerstand negativ ist. Eine genaue Übersicht gibt folgende Tabelle.

Befehl	Bereich	Zählrichtung
Addieren	Positiv	vorwärts
Addieren	Negativ	rückwärts
Subtrahieren	Positiv	rückwärts
Subtrahieren	Negativ	vorwärts

Die elektronischen Schaltungen zur richtigen Zähleransteuerung findet man in den Abbildungen 21 und 22. Die Schaltung auf Abb. 21 dient dazu, ein Signal zu erzeugen, falls der Zählerstand Null beträgt. Dadurch kann der Übergang des Zählerinhalts vom positiven in den negativen Bereich und umgekehrt festgestellt werden. Zu diesem Zweck werden sämtliche Zählerleitungen A_1 bis D_5 auf Gatter geführt. Durch entsprechende

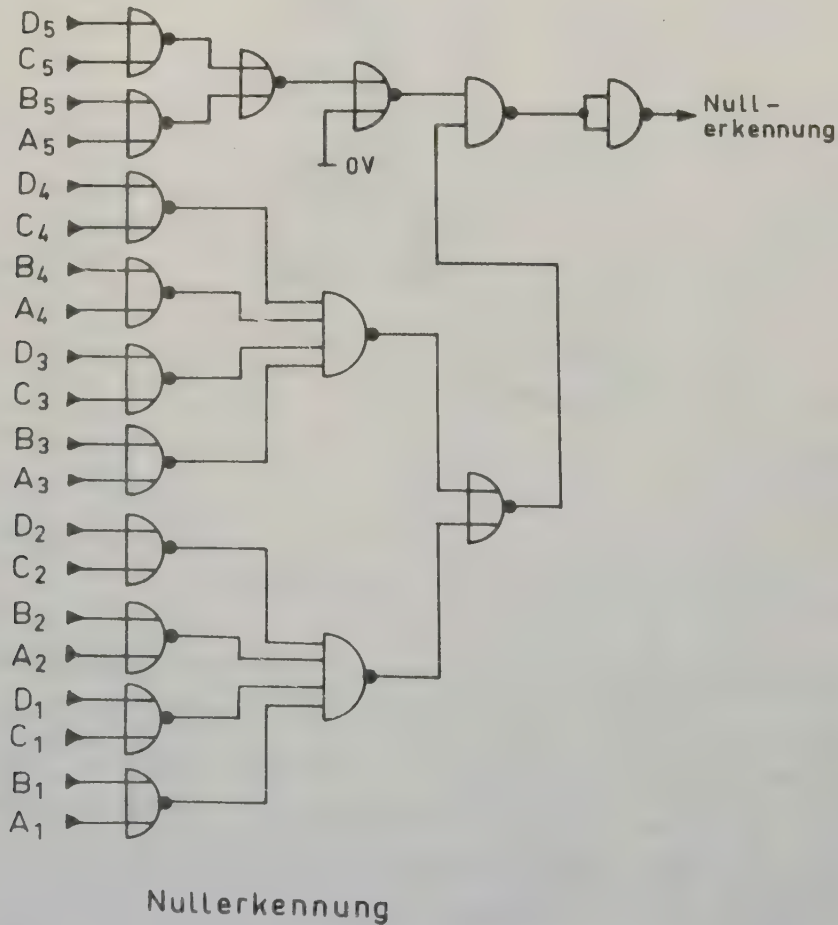


Abb. 21

Verknüpfung der Gatter wird erreicht, daß am Ausgang ein H-Signal liegt, falls der Zählerstand Null beträgt. Aus Abb. 22 ist die Schaltung zu ersehen, die die Befehle "Addieren" und "Subtrahieren" in die Befehle "vorwärts" und "rückwärts" umwandelt.

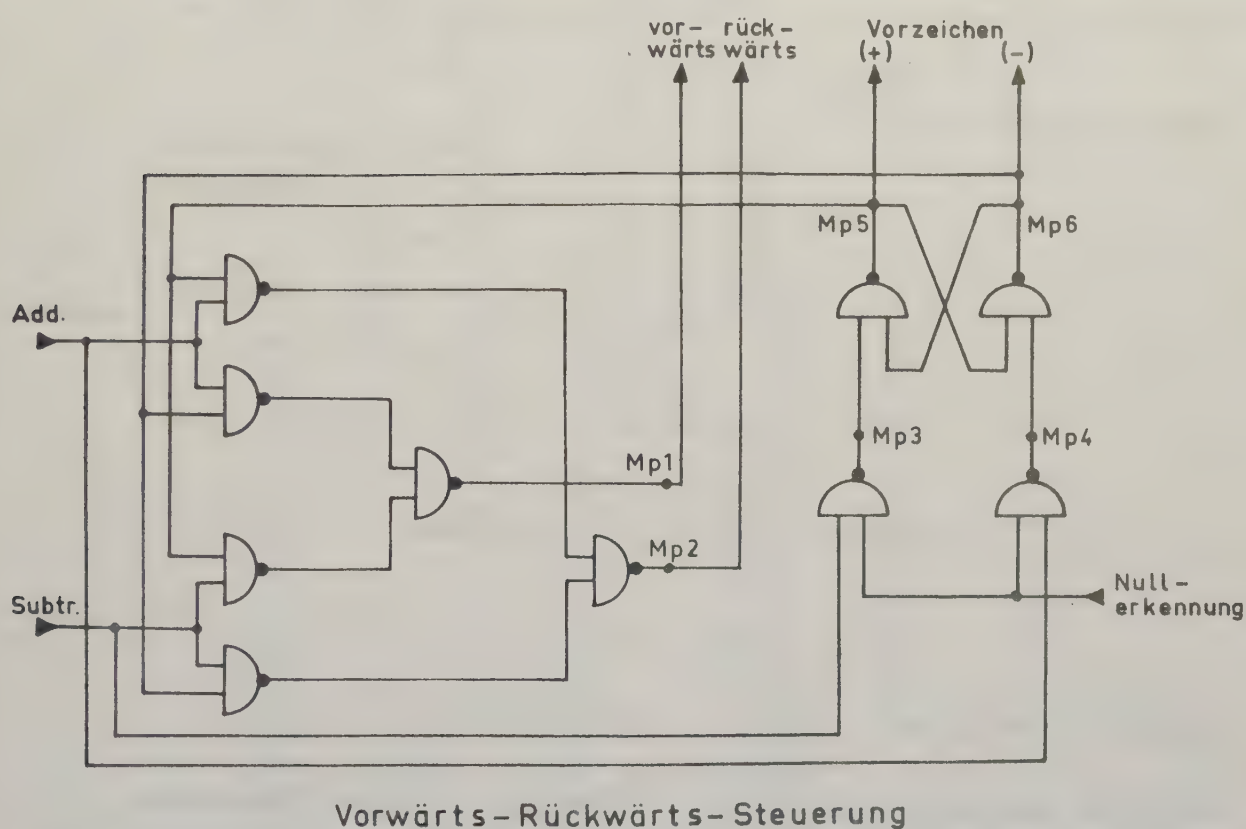
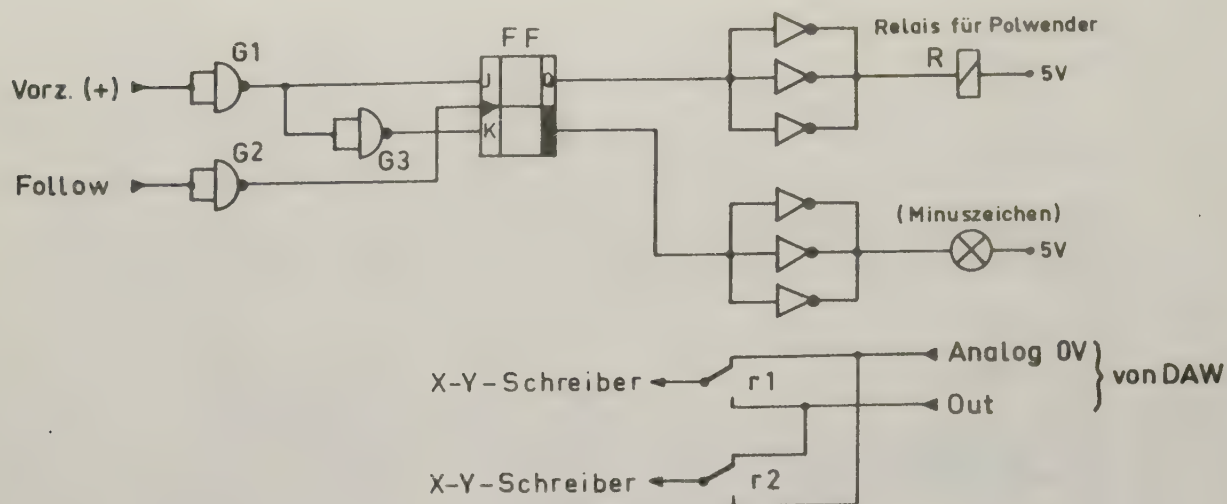


Abb. 22

Die Meßpunkte Mp.1 bzw. Mp.2 sind mit dem Zähler verbunden. Am Meßpunkt Mp. 5 liegt die Information, ob die Zählrate positiv oder negativ ist. Im letzteren Fall leuchtet eine Lampe auf. Jedoch darf die Anzeige erst erfolgen, wenn auch die Zählrate angezeigt wird. Das geschieht aufgrund eines "Follow"-Impulses nach vollzogener Einzelmessung. (Siehe Abschnitt IVc5). Die dazu erforderliche Schaltung zeigt Abb. 23. Das J-K-Flip-Flop gibt die Eingangsinformation erst zum Ausgang weiter, nachdem am Clock-Eingang das "Follow"-Signal gelegen hat. Der Ausgang des Flip-Flop

ist über drei parallel geschaltete Treiber zur Stromverstärkung mit der Anzeigelampe verbunden. Bei negativen Zählraten muß neben der Anzeige auch die analoge Gleichspannung für die Y-Auslenkung am Schreiber umgepolt werden. Das geschieht durch das Relais R in Abb. 23. Es wird ebenso wie die Lampe vom Flip-Flop FF angesteuert.

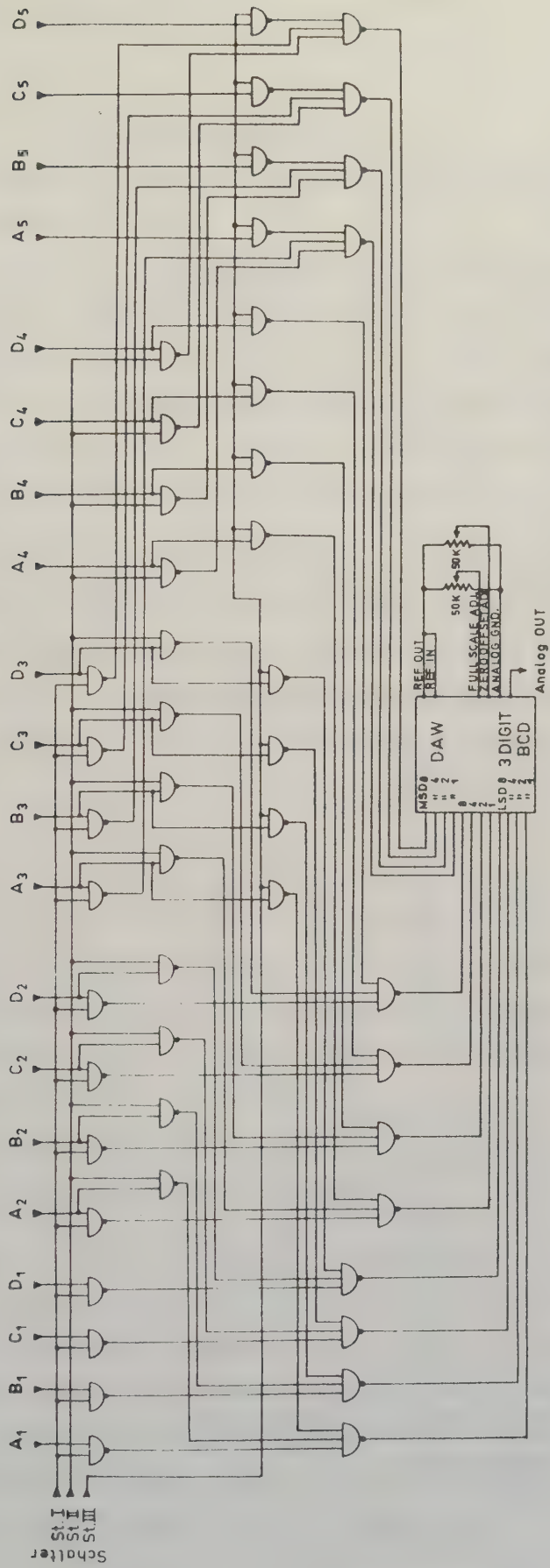


Anzeige Vorzeichen und Polwender

Abb. 23

d) Wahl der Meßzeiten

Wie schon oben angedeutet, lassen sich drei verschiedene Zeitspannen wählen, in der eine Einzelmessung abläuft. Die Zeiten sind bestimmt durch die Dauer für eine, zehn oder 100 Umdrehungen des Polarisators. In Abschnitt IV c2 wurde berechnet, daß im ungünstigsten Fall nach 100 Umdrehungen eine Zählrate von höchstens 96000 entsteht. Entsprechend ergibt sich bei zehn Umdrehungen eine maximale Zählrate von 9600, bei einer Umdrehung von 960. Zieht man nur die drei werthöchsten Dezimalstellen für die Umwandlung in eine Gleichspannung heran, so ist nur ein 3 Digit BCD Digital-Analog-Wandler (DAW) erforderlich. Die folgende kleine Skizze zeigt, welche drei Stellen jeweils zum DAW geführt werden.

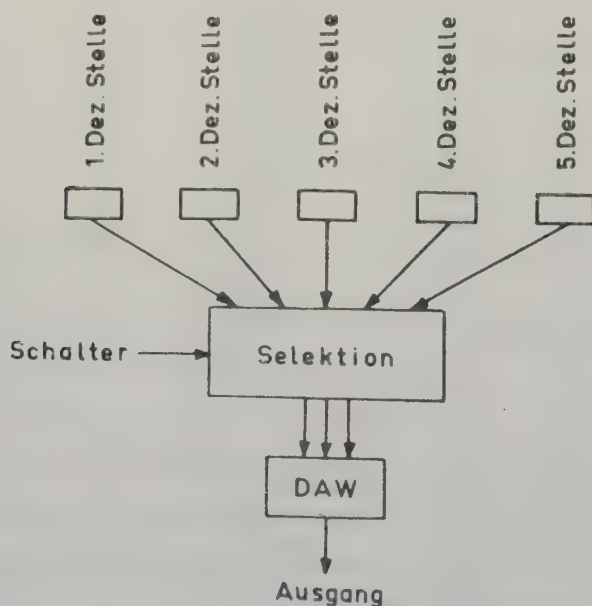


Stellenzahl – Wahl und DAW

Abb. 24

9 6 0 0 0	100 Umdrehungen
<u> </u>	
zum DAW	
0 9 6 0 0	10 Umdrehungen
<u> </u>	
zum DAW	
0 0 9 6 0	1 Umdrehung
<u> </u>	
zum DAW	

Das Prinzip der Schaltung für die Auswahl der Dezimalstellen zeigt Abb. 25. Je nach Schalterstellung werden die entsprechenden drei Dekaden selektiert und auf den DAW gegeben. Aus Abb. 24 ist der genaue Schaltplan ersichtlich. Die Selektion erfolgt durch NAND-Gatter. Durch die Signale St. 1 bis St. 3 eines Dreifachschalters werden die Dekaden selektiert und auf einen DAW gegeben.



Blockschaltbild für Wahl der
Meßzeiten

Abb. 25

Mit den beiden Potentiometern am DAW lassen sich Nullpunkt und Sprei-
zung der Analogspannung justieren.

c) Hauptsteuerung

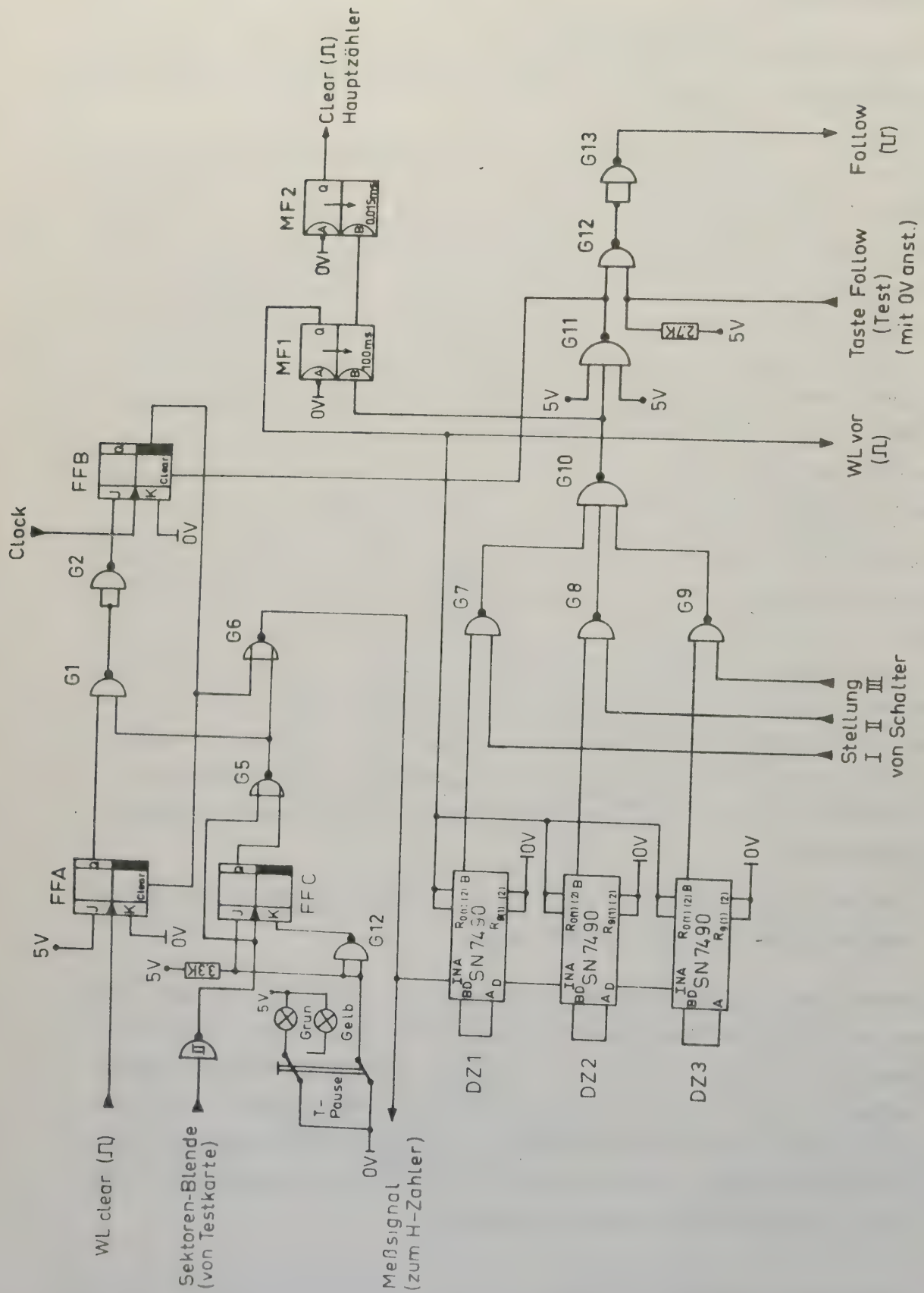
Die Hauptsteuerung hat im wesentlichen die Aufgabe, Anfang und Ende einer Einzelmessung festzulegen.

Erst wenn die entsprechende Wellenlänge am Monochromator eingestellt ist, kann eine Einzelmessung gestartet werden. Der automatische Wellenlängenvorschub liefert dann ein Signal, das mit "WLC" bezeichnet ist. ("Wellenlänge clear"). Der Start einer Messung ist aber noch mit dem Sektorenblendensignal zu synchronisieren. Denn die Dauer der Messung hängt von der Anzahl der H-levels des Referenzsignals ab. Bekanntlich werden aber die 12.5 KHz-Impulse vom Hauptzähler registriert, wenn das Referenzsignal auf H liegt. Würde der Meßbeginn zufällig in einem H-level liegen, so würde die Zählung in einem unkontrollierbaren Zeitpunkt beginnen. Dann kann natürlich auch nicht das Ende der Messung nach einer bestimmten Anzahl von Umdrehungen des Polarisators exakt bestimmt werden.

Die elektronische Schaltung ist so eingerichtet worden, daß der Meßbeginn mit abfallender Flanke des Referenzsignals eingeleitet wird, wenn vorher das WLC-Signal gegeben wurde. Die Messung ist beendet, wenn eine, zehn oder 100 Umdrehungen des Polarisators erfolgt sind. Das bedeutet andererseits, daß in dieser Zeit das Referenzsignal zweimal, 20mal oder 200mal auf H gelegen hat. Denn die rotierende Blende besitzt zwei Hell- und zwei Dunkelsektoren. Die Abstiegsflanken dieses Signals werden von Dezimalzählern gezählt. Bei entsprechendem Zählerstand wird der Meßvorgang abgebrochen.

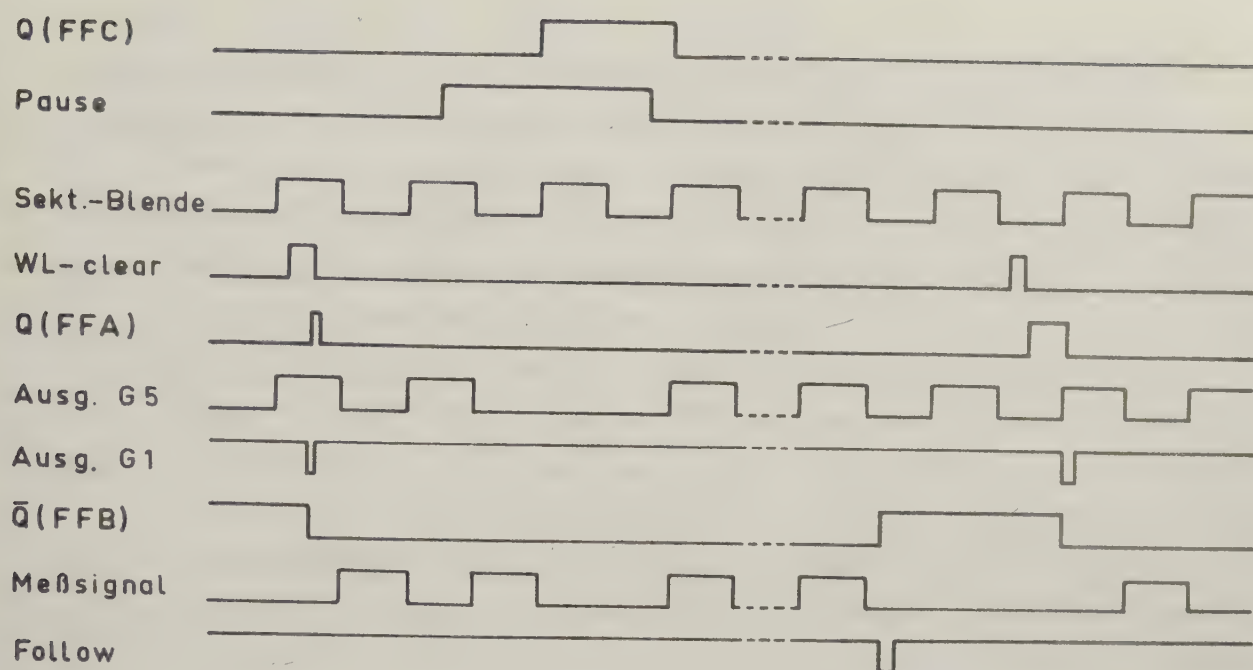
Die elektronischen Details lassen sich aus dem Schaltplan in Abb. 26 und das Impulsdiagramm aus Abb. 27 entnehmen.

Angenommen, der Wellenlängenvorschub liefert das WLC-Signal. Es geht dann direkt auf den Takteingang des Flip-Flops FFA. Da der J- bzw. der K-Eingang auf 5 Volt liegt, entsteht am Q-Ausgang und damit an einem Eingang des Gatters G1 ein H-Zustand. Liegt das Sektorenblendensignal auf H, so liegt am anderen Eingang von G1 ebenfalls H. (FFC soll im Augenblick unberücksichtigt bleiben). Damit kippt FFB, so daß am Q-Ausgang ein L-Signal liegt. Dieses Signal bewirkt zweierlei:



Hauptsteuerung

Abb. 26



Impulsdiagramm für Hauptsteuerung

Abb. 27

1.) Da der $\bar{Q}$ -Ausgang von FFB mit dem clear-Eingang von FFA verbunden ist, fällt FFA in seine Ausgangslage zurück. FFA ist nun wieder vorbereitet, um ein neues WLC-Signal zu registrieren.

2.) Das Gatter G6 wird freigegeben. Dadurch kann das Referenzsignal G6 passieren. Das Meßsignal wird erzeugt.

Das Meßsignal wird auf den Eingang eines dreistelligen Dezimalzählers (DZ1, DZ2, DZ3) geführt. Die B-Ausgänge der Dezimalzähler sind mit den Eingängen von drei NAND-Gattern (G7, G8, G9) verbunden. Jeweils eines dieser drei Gatter ist je nach Wahl der Meßdauer geöffnet. Somit entsteht am Ausgang von D10 ein H-Signal, falls die Zählrate zwei, 20 bzw. 200 erreicht ist. Dieses Signal setzt FFB über G11 durch den clear-Eingang in die Ausgangslage zurück. Dadurch wird G6 gesperrt. Der Meßvorgang ist beendet.

Das Signal, das nach Ende der Messung am Ausgang von G10 entsteht, hat drei weitere wichtige Funktionen. Die Dezimalzähler DZ1 bis DZ3 müssen natürlich wieder auf Null zurückgestellt werden. Zu diesem Zweck wird das Signal von G10 über eine Verzögerungsstufe, bestehend aus den beiden Monoflops MF1 und MF2, zu den clear-Eingängen der Zähler geführt. Zweitens erzeugt dieses Signal den Befehl, den Inhalt des Hauptzählers zur optischen Anzeige und zum DAW zu bringen. (Siehe dazu Abschnitt IV c2). Dieser Befehl liegt am Ausgang von G13 vor und ist als "Follow"-Befehl bezeichnet. Zu Testzwecken kann dieser auch über Taste extern erzeugt werden. Weiterhin muß der automatische Wellenlängenvorschub nach vollzogener Einzelmessung den Befehl erhalten, zur nächsten gewünschten Wellenzahl zu fahren. Dieser Befehl ("WL Vor") ist mit dem Signal zur Löschung der Dezimalzähler identisch.

Mitunter ist es erforderlich, einen Meßvorgang zu unterbrechen. Dazu dienen das Flip-Flop FFC und das Gatter G5. Der Meßvorgang kann nur mit aufsteigender Flanke des Sektorenblendensignals unterbrochen bzw. fortgesetzt werden, da mit diesem Signal das Flip-Flop FFC getriggert wird. Auf diese Weise wird die Meßzeit exakt eingehalten.

f) Testschaltung

Mit Hilfe dieser Schaltung (Abb. 29) läßt sich die Funktionsweise des Phasenmeßgerätes überprüfen. Dazu werden Referenz- und Probensignale in einer astabilen Kippstufe erzeugt. Diese beiden Rechteckschwingungen können in fünf zueinander verschiedene Phasenlagen gebracht werden. Sie werden anstatt der Originalsignale auf das Phasenmeßgerät gegeben. Da die Phasenverschiebung bekannt und sehr konstant ist, lassen sich auf diese Weise die elektronischen Schaltungen des Phasenmeßgerätes kontrollieren.

Abb. 28 zeigt das Impulsdiagramm der Testschaltung. Signal C simuliert das Sektorenblendensignal. Die Rechteckschwingungen P1 bis P5 stellen das Probensignal in den fünf verschiedenen Phasenlagen bezüglich Signal C dar. Die Erzeugung der Rechteckschwingungen P1 bis P5 geschieht mit Hilfe der Signale A, B und C, die miteinander in bestimmter Weise logisch

verknüpft sind. Diese Verknüpfungen werden durch folgende Gleichungen vorgeschrieben. Sie lassen sich leicht anhand des Impulsdiagramms verifizieren.

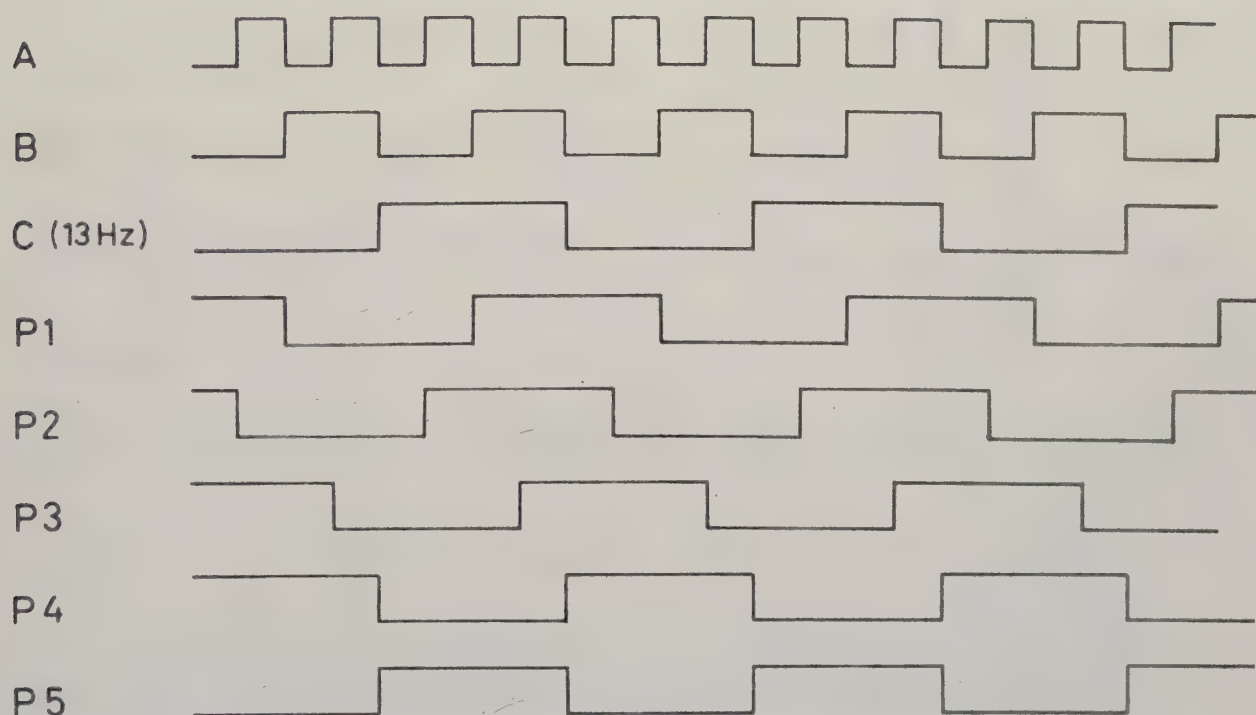
$$P1 = (B \wedge C) \vee (\bar{B} \wedge \bar{C}) \quad (1)$$

$$P2 = (A \wedge \bar{B} \wedge C) \vee (B \wedge C) \vee (\bar{A} \wedge \bar{B} \wedge \bar{C}) \quad (2)$$

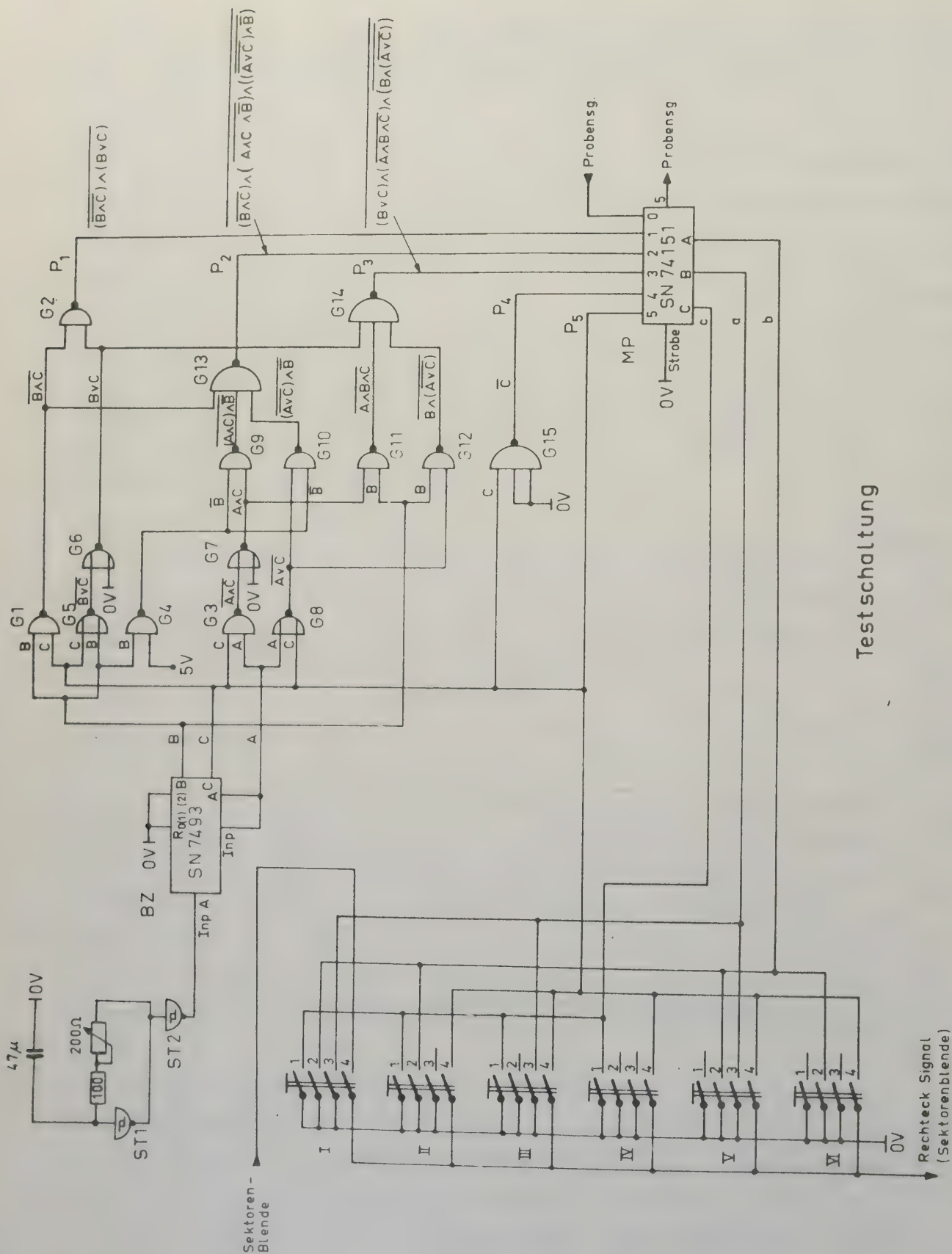
$$P3 = (A \wedge B \wedge C) \vee (\bar{B} \wedge \bar{C}) \vee (\bar{A} \wedge B \wedge \bar{C}) \quad (3)$$

$$P4 = \bar{C}$$

$$P5 = C$$



Impulsdiagramm für Testschaltung



Testschaltung

Abb. 29

In Abb. 29 ist die entsprechende elektronische Schaltung zu sehen. Die beiden Schmitt-Trigger ST1 und ST2 liefern ein Rechtecksignal der Frequenz $4 \cdot 13 \text{ Hz} = 52 \text{ Hz}$. Über das 200Ω Potentiometer läßt sich die Frequenz in gewissen Grenzen regeln. Der anschließende Binärzähler BZ erzeugt die Signale A, B und C. Diese drei Signale sind über NAND- und NOR-Gatter so miteinander verknüpft, daß die Signale P1 bis P5 entstehen. Im Schaltbild sind jeweils an den Ausgängen der Gatter die Zwischenresultate der Verknüpfungen angegeben. Sie lassen sich leicht nachprüfen. Es ist noch nachzuweisen, daß die etwas kompliziert aussehenden Ausdrücke für P1 bis P3 mit denen in den Gleichungen (1) bis (3) identisch sind. Dies läßt sich aber mit den Kürzungsregeln der Boole'schen Algebra und unter Anwendung des de Morgan-Theorems /19/ nachprüfen.

$$\overline{(\overline{B} \wedge \overline{C})} \wedge (B \vee C) = \overline{(\overline{B} \wedge \overline{C})} \wedge \overline{(\overline{B} \wedge \overline{C})} = (B \wedge C) \vee (\overline{B} \wedge \overline{C}) = \underline{P1}$$

$$\overline{(\overline{B} \wedge \overline{C})} \wedge (A \wedge \overline{B} \wedge C) \vee ((A \vee C) \wedge \overline{B}) = (B \wedge C) \vee (A \wedge B \wedge C) \vee ((A \vee C) \wedge \overline{B})$$

$$= (B \wedge C) \vee (A \wedge \overline{B} \wedge C) \vee (\overline{A} \wedge \overline{B} \wedge \overline{C}) = \underline{P2}$$

$$\overline{(B \vee C) \wedge (A \wedge B \wedge C) \wedge (B \wedge (A \vee C))} = \overline{(\overline{B} \wedge \overline{C}) \wedge (A \wedge B \wedge C) \wedge (\overline{A} \wedge B \wedge \overline{C})}$$

$$= (\overline{B} \wedge \overline{C}) \vee (A \wedge B \wedge C) \vee (\overline{A} \wedge B \wedge \overline{C}) = \underline{P3}$$

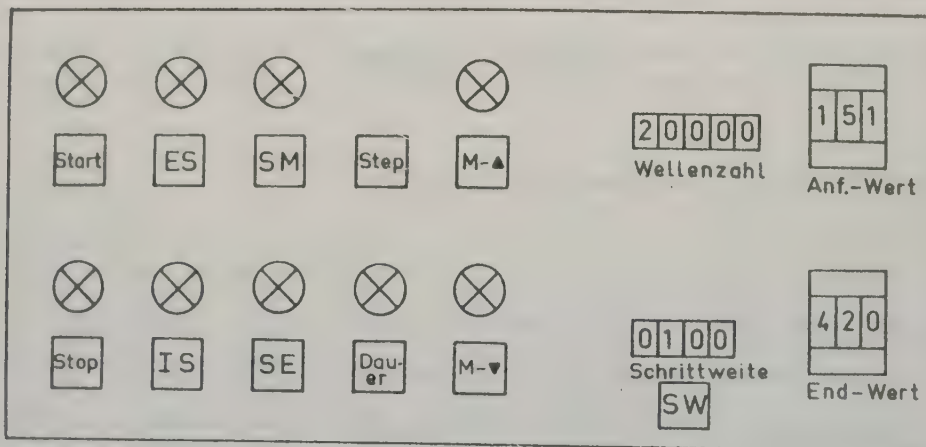
Die Auswahl zwischen den Signalen P1 bis P5 und dem echten Meßsignal geschieht durch einen Multiplexer, der als integrierter Schaltkreis (SN 74151) zur Verfügung steht. Der hier verwendete Multiplexer besitzt acht Dateneingänge, drei Selektionseingänge und einen Ausgang. Je nach Zustand der Selektionseingänge wird einer der Dateneingänge auf den Ausgang gegeben. Die Ansteuerung der Selektionseingänge der Multiplexer werden durch sechs vierpolige gegenseitig verriegelte Schalter vorgenommen. Das von der Sektorenblende erzeugte Referenzsignal kann natürlich nur im Fall einer echten Messung (Schalter I in Arbeitsstellung) verwendet werden. Bei Testmessungen simuliert das Signal C, das synchron zum Probensignal erzeugt wird, das Referenzsignal. Es ist also durch diese Schaltung möglich, bei entsprechender Schalterstellung eine echte Messung oder eine von fünf Testmessungen durchzuführen.

IV 4. Automatischer Wellenlängenvorschub

a) Betriebsmöglichkeiten des automatischen Wellenlängenvorschubs

Das Anregungslicht wird von einem Zeiss-Monochromator spektral zerlegt. Der Vorschub kann durch einen ebenfalls von Zeiss gelieferten elektrischen Wellenlängenantrieb erfolgen. Jedoch ist dieses Gerät für unsere Zwecke ungeeignet, da es weder wellenzahl- noch wellenlängenlinear arbeitet. Deswegen wurde ein komfortablerer Wellenlängenvorschub gebaut, der in Ergänzung zum Phasenmeßgerät das Registrieren des Polarisationsgrades in linearer Abhängigkeit von der Erregerwellenzahl ermöglicht. Der Antrieb erfolgt über einen Motor, der durch komplexe elektronische Baustufen gesteuert wird.

Zunächst werden in diesem Abschnitt die verschiedenen Betriebsmöglichkeiten des automatischen Wellenlängenvorschubs beschrieben. Abb. 30 zeigt schematisch die Anordnung der Bedienungselemente. Da das Gerät möglichst vielseitig verwendbar sein soll, ist auch eine Computersteuerung vorgesehen. Das ist dann sinnvoll, wenn der Wellenlängenvorschub innerhalb



Anordnung der Bedienungselemente des automatischen Wellenlängenvorschubes

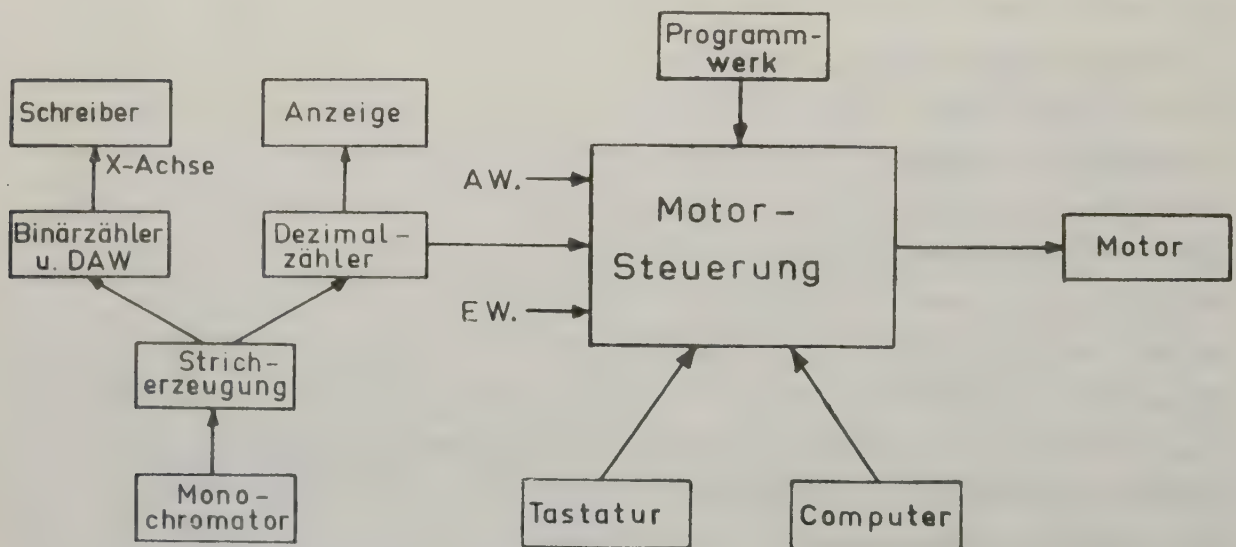
Abb. 30

einer größeren von einem Computer gesteuerten Einheit arbeiten soll. Im anderen Fall wird der Vorschub durch interne Steuerung betrieben. Die Wahl dieser beiden Betriebsmöglichkeiten erfolgt durch Betätigen der

Tasten ES (externe Steuerung ein) bzw. IS (interne Steuerung ein). Die Spektren lassen sich kontinuierlich oder schrittweise vermessen. Bei kontinuierlicher Messung (Taste Dauer) kann die Vorschubgeschwindigkeit durch ein Potentiometer geregelt werden. Soll das Spektrum schrittweise ausgemessen werden, so ist nach jeder vollzogenen Einzelmessung ein Befehl zu erteilen, daß der Vorschub zur nächsten gewünschten Wellenzahl weiterfahren soll. Dieser Befehl kann von Hand über Taste Step oder von einem extern angeschlossenen Gerät ausgelöst werden. Im ersten Fall muß mit Taste SM die Betriebsart "schrittweise, manuell", sonst mit Taste SE die Betriebsart "schrittweise, extern" gewählt werden. Bei unserer Anordnung ist das externe Gerät das Phasenmeßgerät, das den Befehl "WL VOR" liefert. Auf der Skala des Zeiss-Monochromators befinden sich im gewöhnlichen Meßbereich alle 100 Wellenzahlen Eichstriche. Es ist jedoch nicht immer erforderlich, ein Spektrum in Abständen von 100 Wellenzahlen auszumessen. Daher ist es sinnvoll, verschiedene Schrittweiten einstellen zu können. Mit der Taste SW lassen sich die Abstände von 100, 200, 500 oder 1000 Wellenzahlen wählen. Eine optische Anzeige gibt Auskunft über die gerade eingestellte Schrittweite. Anfangs- und Endwert eines Spektrums können durch die beiden dreistelligen Kodierschalter in Einheiten von 100 Wellenzahlen festgelegt werden. Nach Betätigung der Start-Taste wird zunächst der gewünschte Anfangswert aufgesucht. Sodann beginnt der eigentliche Meßvorgang. Je nach Meßart wird das Spektrum bis zum Endwert schrittweise (SM oder SE) oder kontinuierlich durchfahren (Dauer). Die Messung kann jederzeit durch die Stop-Taste abgebrochen werden. Durch Bedienen der Tasten M-▲ oder M-▼ kann die Wellenzahl zu höheren oder niedrigeren Werten verändert werden. Diese Tasten haben erste Priorität und brechen einen bereits laufenden Meßvorgang ab. Beide Tasten wirken direkt auf den Motor, so daß sie auch bei Ausfall der Steuer-Elektronik funktionsfähig sind. Die gerade eingestellte Wellenzahl wird optisch durch Leuchtziffern angezeigt.

b) Elektronisches Blockschaltbild

Abb. 31 zeigt das Blockschaltbild des automatischen Wellenlängenvorschubes. Die Abfragung der am Monochromator eingestellten Wellenzahl erfolgt auf optische Weise. Mit einem Photowiderstand werden auf der Monochromatorskala eingravierte Teilstriche abgetastet und von einem Dezimalzähler gezählt. Um den Inhalt des Dezimalzählers in Übereinstimmung mit der Monochromatoranzeige zu bringen, muß der Monochromator auf 20000 Wellenzahlen eingestellt werden. Durch Betätigen der Load-Taste wird der Zähler und damit die Wellenzahlanzeige auf 20000 gesetzt.



Blockschaltbild des automatischen Wellenlängenvorschubes

Abb. 31

Die am Monochromator entstehenden Strichsignale können nicht als Zählimpulse verwendet werden, da ihre Spannung und Kurvenform nicht der TTL-Norm entsprechen. Durch zusätzliche geeignete Schaltungen erhält man jedoch saubere Rechtecksignale. Diese Impulse werden von einem Vorwärts-Rückwärts-Dezimalzähler registriert. Der jeweilige Zählerstand wird optisch angezeigt. Die Zählrichtung hängt von der Drehrichtung des Antriebsmotors ab. Gleichzeitig gehen die Strichsignale auf einen Binärzähler, dessen Inhalt über einen Digital-Analog-Wandler in eine Gleich-

spannung umgewandelt wird. Mit dieser wird die X-Achse eines X-Y-Schreibers angesteuert. Durch die Verwendung zweier unabhängiger Zählssysteme liegt der Anfangswert des aufzunehmenden Spektrums immer am linken Rand des Schreibers, da der Binärzähler bei Beginn der Messung auf Null gesetzt wird. Die interne Steuerung des automatischen Wellenlängenvorschubs übernimmt ein Programmwerk. Die einzelnen Programmschritte werden im folgenden Abschnitt genau beschrieben.

Die Erzeugung der einzelnen Steuerbefehle kann durch Tastatur oder durch einen angeschlossenen Computer erfolgen. Diese Befehle wirken im wesentlichen auf die Motorsteuerung. Zählerstand, Anfangs- und Endwert sind ebenfalls mit der Motorsteuerung verbunden, um die Drehrichtung des Motors festzulegen. Aus diesen Informationen für die Motorsteuerung entstehen dann die Befehle für den Motor: Start, Stop, vorwärts und rückwärts. Das stark vereinfachte Blockschaltbild soll nur die wichtigsten Grundprinzipien der aufwendigen Schaltung für den Wellenlängenvorschub aufzeigen. Deswegen sind eine Reihe von Schaltkreisen nicht gezeichnet. Diese werden aber noch in den folgenden Abschnitten behandelt. Ebenso sind manche Querverbindungen zwischen den einzelnen Blöcken nicht angegeben.

c) Programm für internen Betrieb

Abb. 32 zeigt das Programmschema, nach dem der automatische Wellenlängenvorschub bei interner Steuerung arbeitet. Der Programmzähler durchläuft sechs Schritte T_1 bis T_6 , die nacheinander abgerufen werden. Jeder einzelne Programmschritt löst bestimmte Befehle aus. Nach deren Ausführung wird der nächste Programmschritt aufgerufen.

Nach Betätigen der Start-Taste wird der Programmzähler zunächst gelöscht und sofort danach gestartet. Während des ersten Programmschritts wird der Zählerstand für die Wellenzahl am Monochromator mit dem eingestellten Anfangswert des Spektrums verglichen, um die Motordrehung festzulegen. Stimmen Zählerstand und Anfangswert überein, so bleibt die Drehrichtung unverändert. Anschließend (T_2) wird der Motor gestartet und damit der Vorschub in Betrieb gesetzt. Bei T_3 wird der Programmzähler zunächst gesperrt. Wenn die Wellenzahl am Monochromator mit dem Anfangswert AW

Automatischer Wellenlängenvorschub

Programmschritte

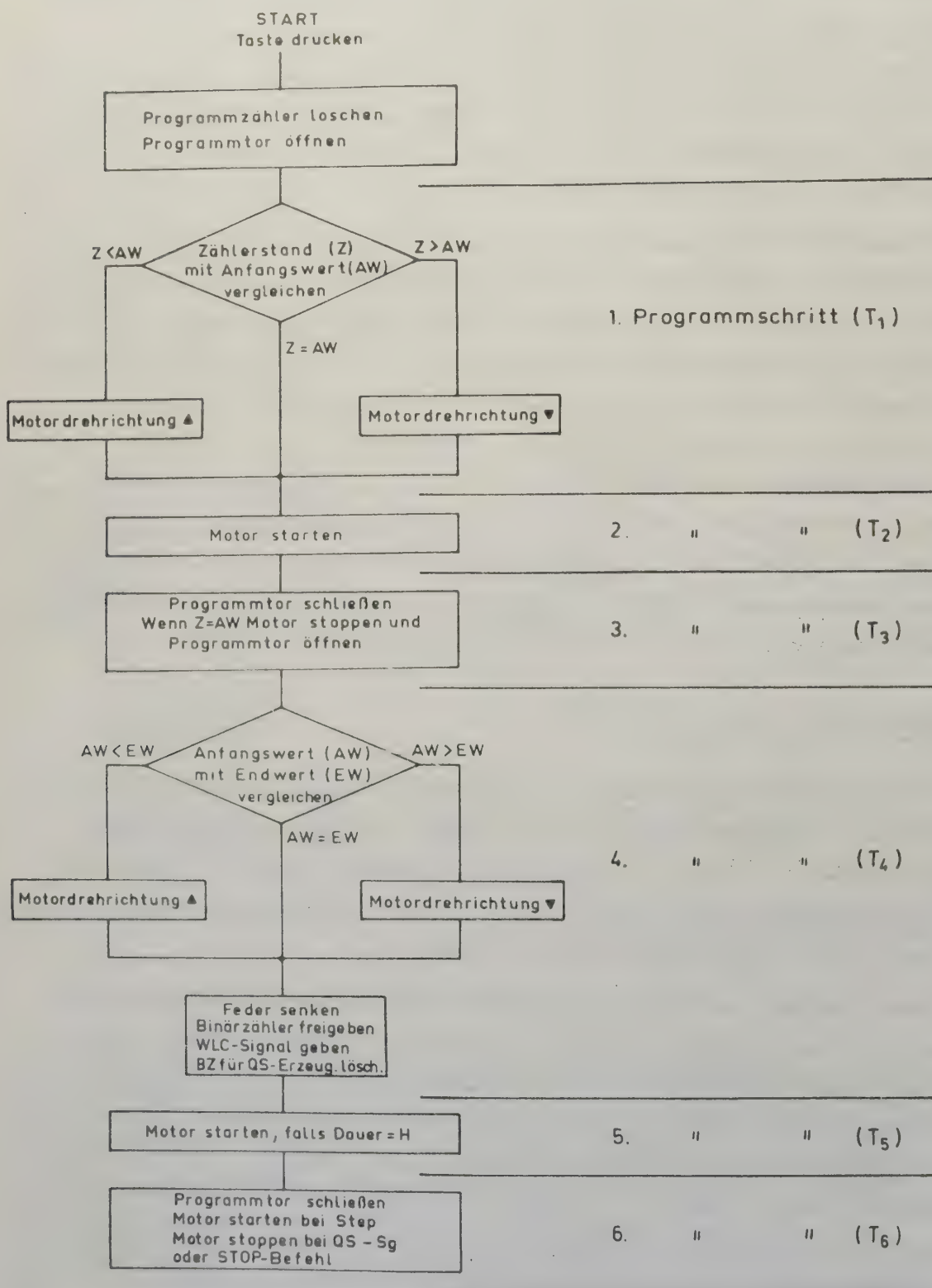


Abb. 32

übereinstimmt, wird der Motor gestoppt und der Programmzähler wieder freigegeben. Während des vierten Programmschritts müssen Anfangs- mit Endwert (EW) des Spektrums verglichen werden, um erneut die Motordrehrichtung festsulegen. Die Feder am X-Y-Schreiber muß gesenkt werden, da bei dieser Wellenzahl die Messung beginnt. Weiterhin muß das WLC-Signal gegeben werden, das dem Phasenmeßgerät zugeführt wird. Dieser Befehl leitet die erste Einzelmessung ein. Für die Steuerung der x-Auslenkung am X-Y-Schreiber steht wie in Abschnitt IV 4b beschrieben ein eigener Binärzähler zur Verfügung. Dieser Zähler wird bei Beginn der Messung (T_4) auf Null gesetzt und danach freigegeben. Während des fünften Programmschritts wird der Motor gestartet, falls kontinuierlich gemessen werden soll. Der sechste Programmschritt stoppt den Programmzähler. Bei schrittweiser Messung wird der Motor gestartet, falls der Step-Befehl ausgelöst wird. Dieses Signal wird entweder über Taste oder vom Phasenmeßgerät nach einer Einzelmessung gegeben. Der Motor wird bei einem "QS"-Signal oder über den STOP-Befehl abgestoppt. Das QS-Signal wird gegeben, wenn der Vorschub bei schrittweiser Messung den nächsten Meßpunkt erreicht hat. Der gesamte Meßvorgang läuft also während des sechsten Programmschritts ab. Der sechste Programmschritt bleibt bestehen bis eine neue Messung mit der Start-Taste eingeleitet wird. Die Programmschritte werden von einem Taktgenerator mit nachfolgendem Binärzähler erzeugt.

d) Erzeugung der Steuerbefehle

Nachdem die Betriebsmöglichkeiten und das Steuerprogramm des Wellenlängenvorschubs beschrieben worden sind, sollen in den nächsten Abschnitten detailliert die elektronischen Schaltungen behandelt werden. Zunächst sind die Befehle, die vom Computer oder über Tasten ausgelöst werden, zu erzeugen. Die Computerbefehle werden verschlüsselt über die vier Leitungen A bis D auf einen Dekoder SN 74154 gegeben. In der folgenden Tabelle sind die einzelnen Befehle mit ihrem Code erklärt.

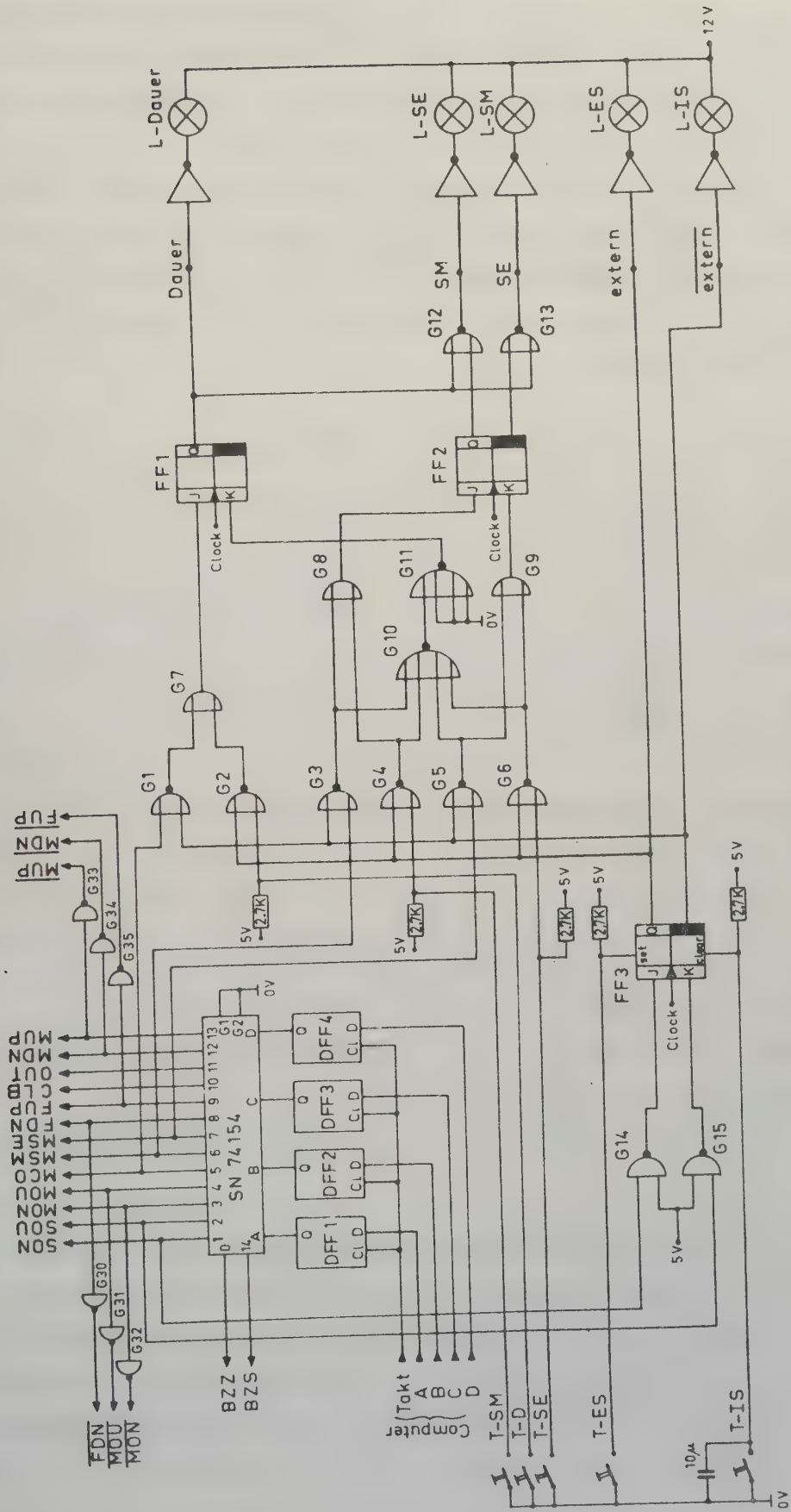
A	B	C	D	Befehl	Erklärung
L	L	L	L	BZZ	Binärzähler zählen
H	L	L	L	SON	Externe Steuerung ein
L	H	L	L	SOU	Externe Steuerung aus
H	H	L	L	MON	Motor ein
L	L	H	L	MOU	Motor aus
H	L	H	L	MCO	Motorlauf kontinuierlich
L	H	H	L	MSM	Motorlauf schrittweise, manuell
H	H	H	L	MSE	Motorlauf schrittweise, extern
L	L	L	H	FDN	Feder senken
H	L	L	H	FUP	Feder heben
L	H	L	H	BCL	Clear Binärzähler
H	H	L	H	OUT	STOP
L	L	H	H	MDN	Motor ▼
H	L	H	H	MUP	Motor ▲
L	H	H	H	BZS	Binärzähler sperren
H	H	H	H	NOP	Keine Operationen

Wie aus Abb. 33 zu ersehen, gehen die kodierten Signale zunächst auf D-Flip-Flops. Erst nach einem Taktimpuls werden die Informationen übernommen und auf den Dekoder weitergegeben. Durch das Zwischenschalten der Übernahme-Flip-Flops können sich die Signale auf den Leitungen A bis D ändern, ohne daß unmittelbar darauf andere Befehle erzeugt werden. Die Ausgänge des Dekoders sind im L-Zustand aktiviert.

Weitere für den Betrieb erforderliche Steuerbefehle sind in der folgenden Tabelle zusammengefaßt.

Abk.	Befehl
extern	externe Steuerung (Computer) ein
<u>extern</u>	interne Steuerung ein
Dauer	kontinuierliche Messung
SM	schrittweise Messung, Step-Signal erfolgt durch Taste
SE	schrittweise Messung, Step-Signal erfolgt durch ext. Einheit

Diese Befehle sind im H-Zustand aktiviert.



Erzeugung der Befehle

Abb. 33

Externe oder interne Steuerung lassen sich sowohl durch Tastenbestätigung als auch vom Computer wählen. Die low-Signale, die bei Betätigung der Tasten IS bzw. ES entstehen, gehen auf den clear- bzw. set-Eingang des Flip-Flops FF3. Die Computersignale SOU bzw. SON setzen das Flip-Flop über den J- bzw. K-Eingang. Damit entsteht an den Ausgängen von FF3 der Befehl $\overline{\text{extern}}$ bzw. $\overline{\text{extern}}$. Das Flip-Flop FF1 erzeugt den Befehl, ob schrittweise oder kontinuierlich gemessen werden soll. In der folgenden Tabelle sind die Bedingungen angegeben, die zu den einzelnen Zuständen am J- bzw. K-Eingang des Flip-Flop führen.

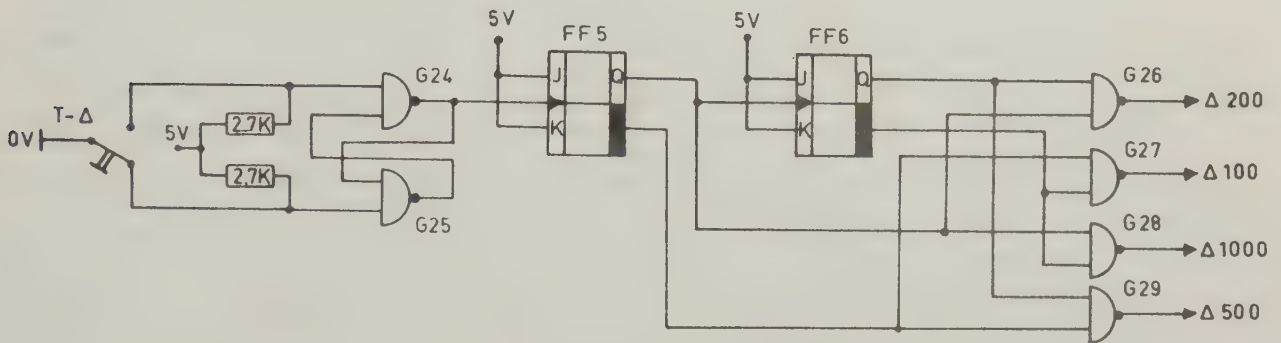
falls	J	K	Q	Befehl
$(\overline{\text{extern}} \wedge \text{L-Signal über T-D}) \checkmark$ $(\text{extern} \wedge \text{Computerbefehl } \overline{\text{MCO}})$	H	L	H	Dauer
$(\overline{\text{extern}} \wedge \text{L-Signal über T-SE}) \checkmark$ $(\text{extern} \wedge \text{L-Signal über T-SM}) \checkmark$ $(\text{extern} \wedge \text{Computerbefehl } \overline{\text{MSE}}) \checkmark$ $(\text{extern} \wedge \text{Computerbefehl } \overline{\text{MSM}})$	L	H	L	$\overline{\text{Dauer}} = \text{Schrittweise}$

Für das Flip-Flop FF2, das die Befehle SE und SM erzeugt, läßt sich eine entsprechende Tabelle angeben.

falls	J	K	Q	Befehle
$(\text{extern} \wedge \text{Computerbefehl } \overline{\text{MSM}}) \checkmark$ $(\overline{\text{extern}} \wedge \text{L-Signal durch T-SM})$	H	L	H	Schrittweise Messung, Step-Befehl durch Taste
$(\text{extern} \wedge \text{Computerbefehl } \text{MSE}) \checkmark$ $(\overline{\text{extern}} \wedge \text{L-Signal durch T-SE})$	L	H	L	Schrittweise Messung, Step-Befehl durch ext.Einh.

Falls kontinuierlich gemessen wird, dürfen sowohl SM wie auch SE nicht aktiviert (=L) sein. Deshalb folgen nach FF2 zwei NOR-Gatter, an deren Ausgängen die Signale SM und SE vorliegen. Diese fünf Befehle (SM, SE, Dauer, $\overline{\text{extern}}$, $\overline{\text{extern}}$) werden zur Kontrolle optisch angezeigt. Dazu sind die entsprechenden Signalleitungen über Treiber zur Stromverstärkung mit den Lampen verbunden.

Außer diesen grundlegenden Befehlen sind noch die Signale für die verschiedenen Schrittweiten zu erzeugen. Dies geschieht mit der Taste Δ . Nach jeder Betätigung wird eine andere der vier möglichen Schrittweiten



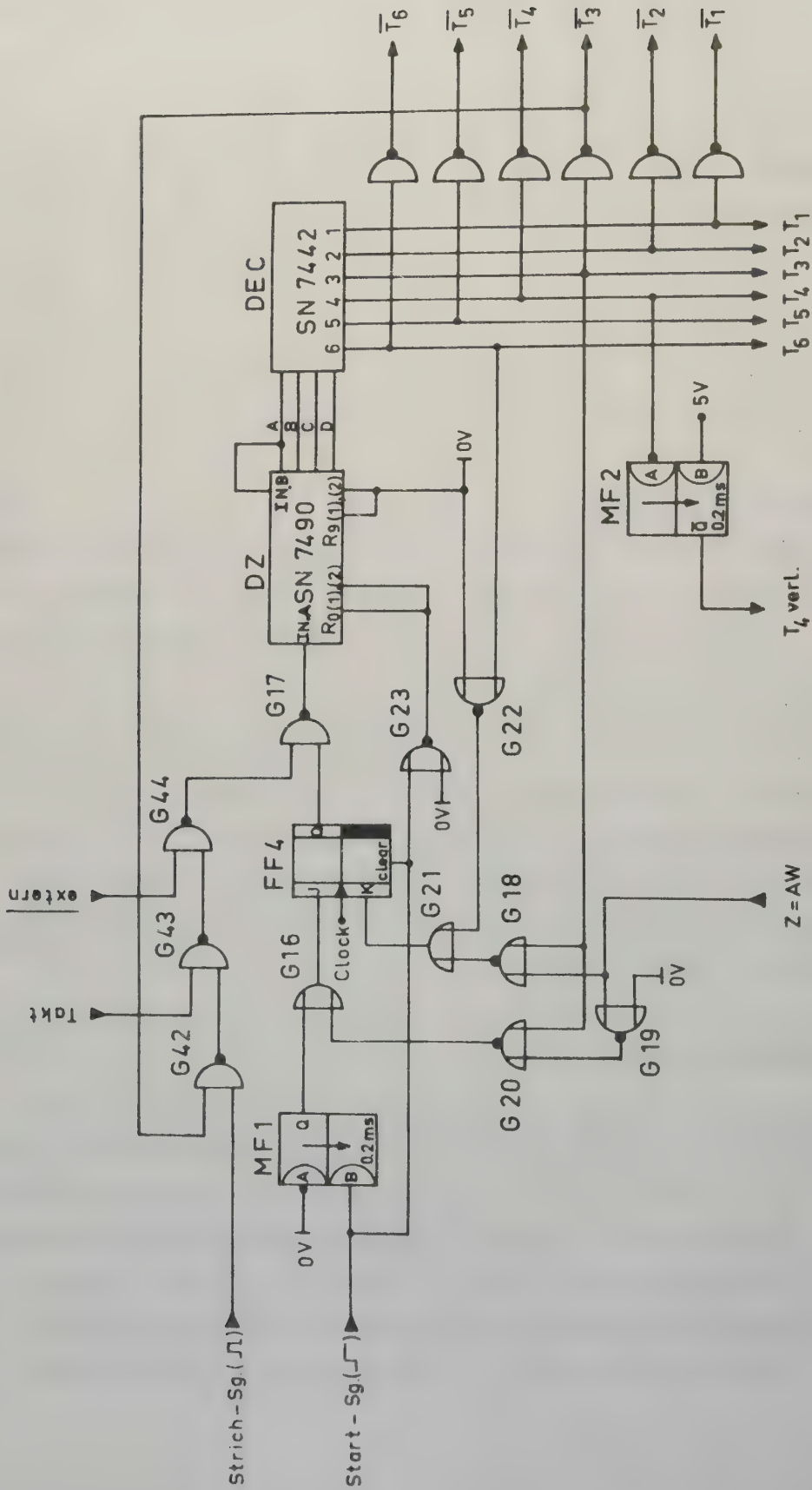
Erzeugung der Befehle für Schrittweiten

Abb. 34

eingestellt. Abb. 34 zeigt die zugehörige Schaltung. Die Taste Δ ist über zwei als RS-Flip-Flop geschaltete NAND-Gatter mit dem Clock-Eingang des ersten J-K-Flip-Flops verbunden. Nach jedem Tastendruck entsteht am Takteingang genau eine abfallende Flanke. Durch Verwendung eines R-S-Flip-Flops wurde ein prellfreies Schalten der Taste ermöglicht. FF1 kippt mit jeder abfallenden Flanke, da der J- und K-Eingang auf 5 Volt liegen. Der Q-Ausgang von FF1 geht auf den Takteingang von FF2. Infolgedessen kippt FF2 bei jedem zweiten Tastendruck. Auf diese Weise entstehen vier Signalkombinationen an den beiden Q-Ausgängen. Diese Kombinationen werden durch die folgenden vier NAND-Gatter dekodiert, so daß jeweils an genau einem Gatterausgang ein L-Signal liegt.

e) Das Programmwerk

Wie schon angedeutet, bestimmt das Programmwerk bei interner Steuerung den Betriebsablauf des Wellenlängenvorschubs. Das Schaltbild ist in Abb. 35 zu sehen. Über die Erzeugung des Start-Signals wird an anderer Stelle berichtet. Es ist jedenfalls während des gesamten Meßvorgangs auf H-level, sonst auf L-level. Zunächst liegt ein L-Signal am B-Eingang von MF1 und am clear-Eingang von FF4. Das bedeutet, daß der Q-Ausgang von FF4 auf L liegt. Dadurch wird über G17 der Zähleingang des Dezimalzählers



Programmwerk

gesperrt. Ein Start-Signal erzeugt am Q-Ausgang von MF1 einen kurzen Impuls. FF4 kippt und G17 wird freigegeben. Die Taktimpulse können gezählt werden. Natürlich ist interne Steuerung vorausgesetzt, da im anderen Fall G44 keine Impulse passieren läßt. Bei externer Arbeitsweise übernimmt der Computer die Aufgaben des Programmzählers. Dem Dezimalzähler ist ein Dekoder nachgeschaltet, dessen Ausgänge in Abhängigkeit der Zählrate einzeln aktiviert werden (L-level). Nach dem dritten Impuls ($T_3 = L$) wird über G18 und G21 FF4 in die Ausgangslage zurückgeschaltet. Dadurch wird G17 gesperrt und der Zähler erhält keine Zählakte mehr. Erst nach Entstehen des Signals $Z = AW$, wenn also der Monochromator zum Anfangswert gefahren ist, kippt FF4 wieder und gibt G17 frei. Weitere Impulse können vom Zähler erfaßt werden. Beim sechsten Programmschritt wird wieder über G21 und FF4 G17 gesperrt. Der Programmschritt T_6 bleibt bestehen bis das Start-Signal nach der Messung auf low-level abfällt. Dann wird der Zähler gelöscht und ein neuer Programmablauf kann erfolgen. Die Gatter G42 und G43 sind eingebaut, damit nicht schon der vierte Programmschritt aufgerufen wird, während noch das Strichsignal bei $Z = AW$ auf H liegt. Denn dann würde die Drehrichtungsänderung des Antriebsmotors in dem Zeitpunkt erfolgen, in dem der Motor noch läuft.

f) Erzeugung des Strichsignals

Um eine fehlerfreie Registrierung der Wellenzahlen zu erreichen müssen die am Monochromator entstehenden Strichsignale in saubere Impulse umgewandelt werden. Am Arbeitswiderstand R1 des Photodarlingtons (Abb. 36) sind die Strichsignale noch mit Störimpulsen behaftet. Die beiden Operationsverstärkerstufen mit anschließendem Monoflop haben die Aufgabe, die Strichsignale zu verstärken und in saubere Impulse umzuformen. Wird der Phototransistor nicht beleuchtet, so liegt am Eingang vom ersten Operationsverstärker infolge des $10\text{ M}\Omega$ -Widerstandes nach -15 Volt eine leicht negative Spannung. Am Ausgang ist dann eine positive Spannung vorhanden, deren Höhe von der Einstellung des Potentiometers R5 im Rückkopplungs-zweig abhängt. Wird der Phototransistor durch Beleuchtung leitend, so liegen etwa 1/4 Volt am Verzweigungspunkt zwischen R1 und R2. Diese Spannung reicht aus, daß der Ausgang des Operationsverstärkers auf Null

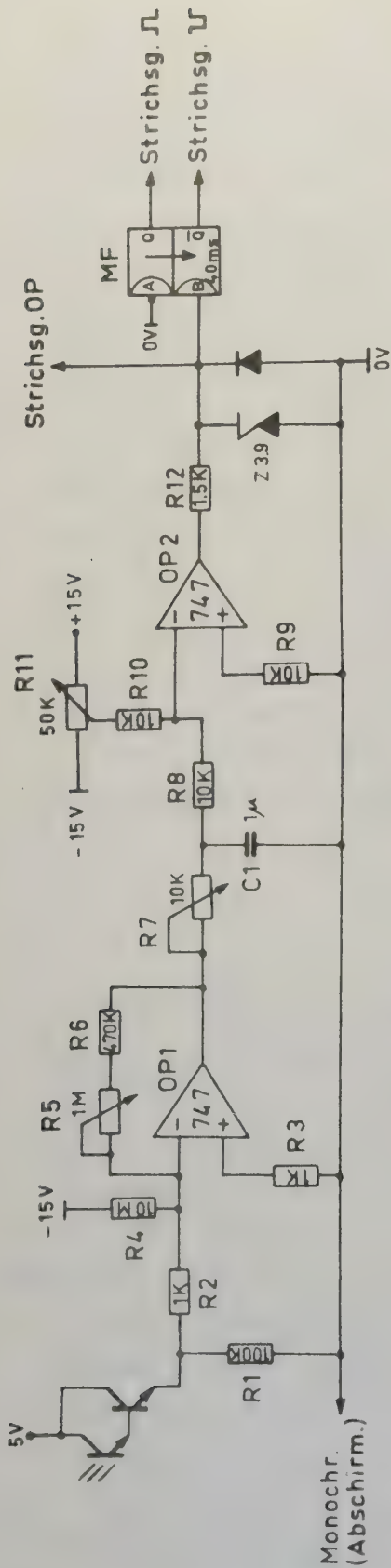


Abb. 36

Erzeugung des Strichsignals

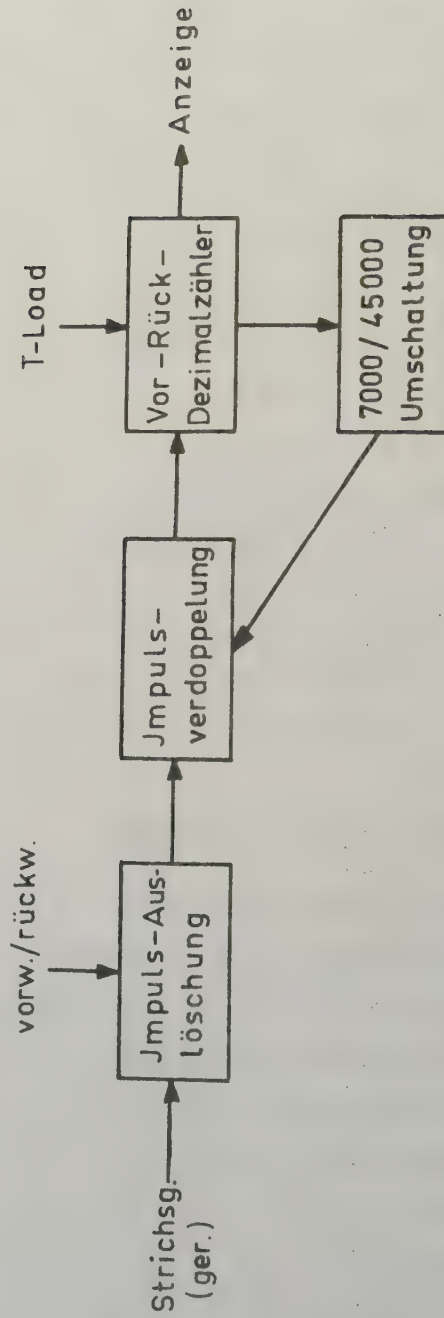


Abb. 37

Blockschaltbild für Strichzählung

Volt kippt. Der anschließende Tiefpaß, bestehend aus R7 und C1, unterdrückt eventuell auftretende hochfrequente Schwingungen. Der zweite Operationsverstärker invertiert noch einmal das Strichsignal bei gleichzeitiger sehr hoher Verstärkung. Am Ausgang entsteht dann, wenn Licht auf den Photowiderstand fällt, ein 5-Volt-Signal. Durch die über R10 auf den invertierenden Eingang von OP2 zusätzlich gegebene Spannung läßt sich die Differenzspannung zwischen den beiden Eingängen durch das Potentiometer R11 regeln. Das hat zur Folge, daß bei richtiger Einstellung von R11 Störimpulse, die kleiner als das echte Signal sind, gar nicht erst verstärkt werden. Mitunter kommt es vor, daß unmittelbar nach Entstehen des Strichsignals kurzzeitig Störimpulse auftreten. Diese werden aber nicht registriert, da das dem Ausgang von OP2 nachgeschaltete Monoflop eine Zeitkonstante besitzt, die größer als der Zeitraum ist, in dem die Störimpulse üblicherweise auftreten.

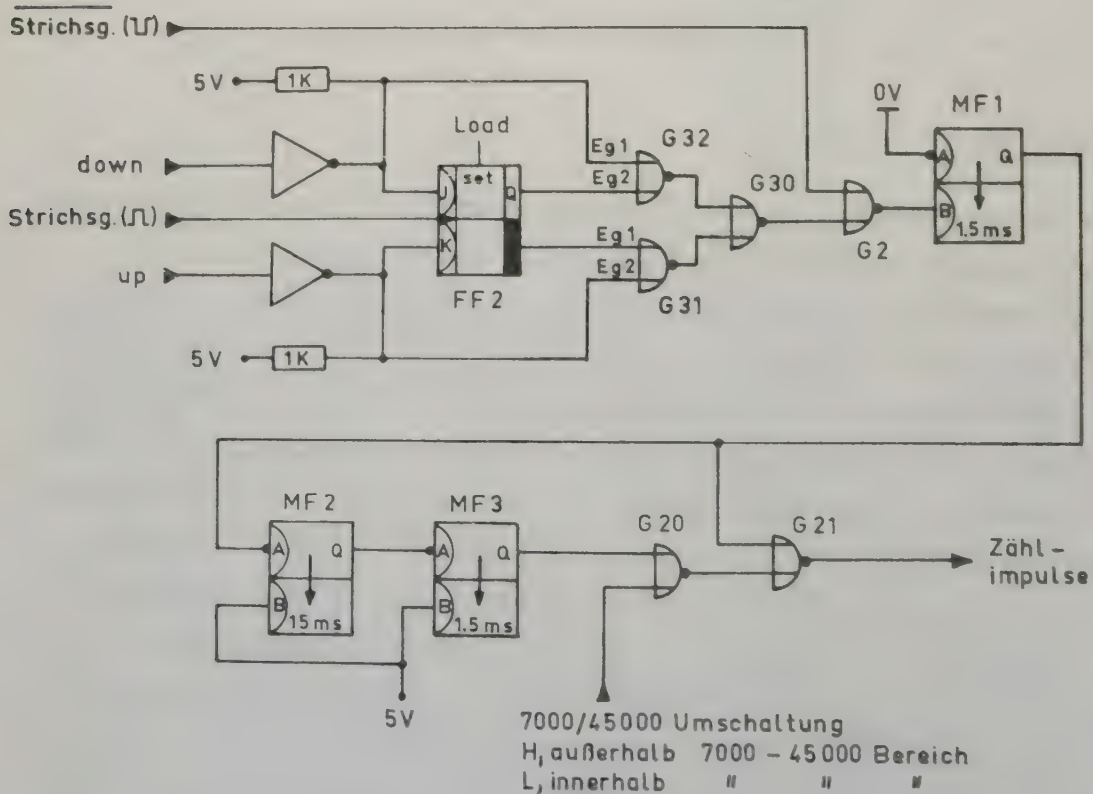
Bei geeigneter Wahl der Potentiometereinstellungen von R5, R7 und R11 ist es mit dieser Schaltung möglich, saubere Strichsignale herzustellen, die für die weiteren Schaltkreise verwendet werden können.

g) Zählung der Strichimpulse

Die nun sauber vorliegenden Strichsignale müssen auf eine geeignete Zähl-schaltung gegeben werden. Dabei treten zwei Schwierigkeiten auf. Die Skala auf dem Monochromator besitzt im Spektralbereich zwischen 7000 und 45000 Wellenzahlen Strichmarken im Abstand von 100 Wellenzahlen, außerhalb dieses Bereichs aber von 50 Wellenzahlen. Dieses Problem wurde dadurch gelöst, daß im Bereich zwischen 7000 und 45000 Wellenzahlen jedes Strichsignal zwei kurz aufeinanderfolgende Zählimpulse auslöst. Außerhalb dieses Bereichs wird jeder Strich nur einen Zählimpuls liefern. Einem einzelnen Zählimpuls entsprechen also im gesamten Spektralbereich 50 Wellenzahlen. Zweitens ist zu beachten, daß der Motor nach dem Stop-Befehl, ausgelöst durch einen bestimmten Strich, in der Regel noch etwas über den Strich hinausläuft. Wenn anschließend die Drehrichtung geändert wird, darf dieser Strich nicht zweimal gezählt werden. Nach einer Drehrichtungs-umkehr muß also das erste auftretende Strichsignal gelöscht werden. Damit ergibt sich aus diesen Überlegungen das Blockschaltbild in Abb. 37.

1. Impulsauslöschung und Impulsverdopplung

Aus der Abb. 38 sind die Schaltungen für die Blöcke Impulsauslöschung und Impulsverdopplung ersichtlich. Zunächst trifft das Strichsignal über G2 auf das mit kleiner Zeitkonstante arbeitende Monoflop MF1. Damit wird aus dem Strichsignal ein Impuls konstanter und kurzer Dauer. Dieses Signal geht auf G21 und auf zwei weitere Monoflops MF2 und MF3. Hier wird das Signal um etwa zehnfache Signaldauer verzögert. Das verzögerte Signal wird über G20 ebenfalls auf G21 geleitet. Arbeitet G20 in Durchlaßstellung, so entstehen aufgrund eines Impulses am Ausgang von G21 zwei kurze aufeinanderfolgende Signale, die dann zum Zähler geführt werden, falls die Wellenzahl in den Bereichen außerhalb des Bereiches zwischen 7000 und 45000 Wellenzahlen liegt. Das Signal, das G20 öffnet, bzw. sperrt, wird in einer noch zu beschreibenden Schaltung erzeugt.



Strich-Auslöschung und Strichverdopplung

Bei einer Drehrichtungsumkehr darf der erste nachfolgende Strich nicht mitgezählt werden. Das geschieht durch das Flip-Flop FF2, das mit der abfallenden Flanke des Strichsignals gesetzt wird. Im Normalfall liegen an den Eingängen von G31 und G32 jeweils invertierte Signale. Deshalb arbeitet G2 in Durchlaßstellung. Bei einer Drehrichtungsänderung kehren sich sofort die Eingänge 1 von G31 und G32 um. Damit wird G2 gesperrt. Das nächste Strichsignal kann nicht gezählt werden. Erst wenn die auf fallende Flanke dieses nicht registrierten Signals FF2 gekippt hat, wird G2 wieder freigegeben und weitere Striche können gezählt werden.

2. Vorwärts-Rückwärts-Dezimalzähler

Jedem Zählimpuls entsprechen bekanntlich 50 Wellenzahlen. Das bedeutet, daß die Einerziffer der Wellenzahl beim Zählen nicht zu berücksichtigen ist. Die Zehnerziffer kann nur Null oder Fünf betragen. Die drei weiteren Ziffern nehmen alle Zahlen von Null bis Neun an. Daher bietet es sich an, die Zehnerziffer mit einem Flip-Flop zu schalten und die restlichen mit drei Vorwärts-Rückwärts-Dezimalzählern zu erfassen. Abb. 40 zeigt die Schaltung des Zählers. Jenachdem, ob vorwärts oder rückwärts gezählt werden soll, werden die Zählimpulse, die an den Ausgängen von FF1 entstehen, über G33 bzw. G34 zu den Dezimalzählern weitergeleitet. Über die Load-Taste kann der Zähler auf 2000 gesetzt werden.

3. 7000/45000-Bereichsumschaltung.

Abb. 39 zeigt die Schaltung für die 7000/45000-Bereichsumschaltung. Liegt die Wellenzahl im Bereich zwischen 7000 und 45000 Wellenzahlen, so muß an G20 in Abb. 38 ein L-Signal, anderenfalls ein H-Zustand vorliegen. Das wird dadurch erreicht, daß an den Bereichsgrenzen, also bei 7000 und 45000 Wellenzahlen, Impulse erzeugt werden, die ein Flip-Flop schalten.

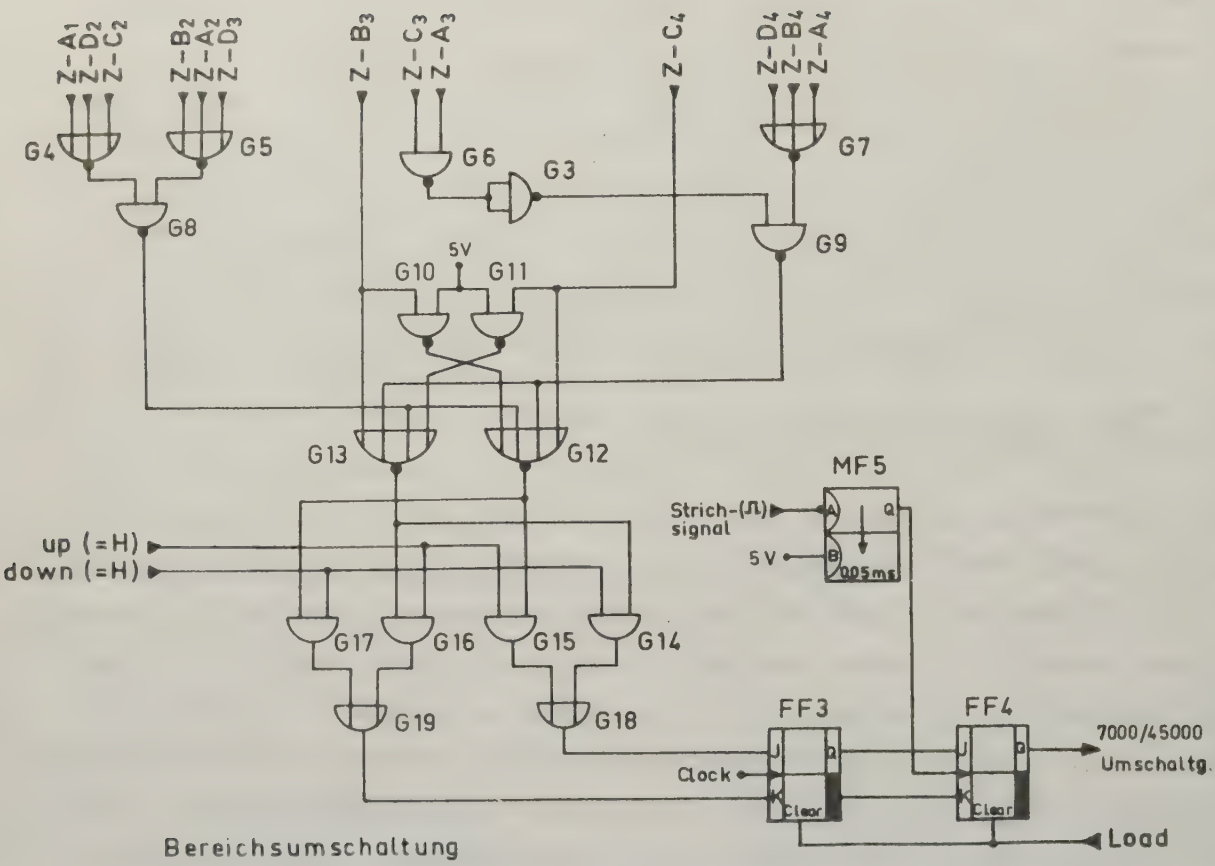
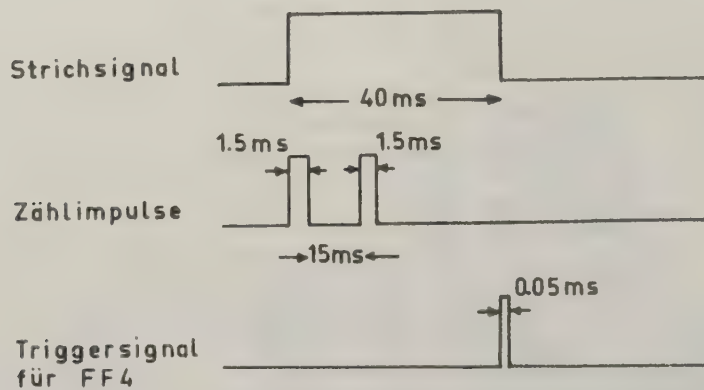


Abb. 39

In welcher Weise das Flip-Flop anzusteuern ist, zeigt folgende Wahrheitstafel.

Wellen- zahl	Zähl- richtg.	Flip-Flop		
		J	K	Q
45000	aufwärts	L	H	L
07000	abwärts	L	H	L
45000	abwärts	H	L	H
07000	aufwärts	H	L	H

Das Signal am Ausgang von FF3 ist aber noch nicht geeignet, G20 anzu-
steuern. Denn falls die Drehrichtung gerade bei 7000 oder 45000 Wellen-
zahlen erfolgt, werden Fehler beim Zählen auftreten. Daher muß noch ein
Flip-Flop nachgeschaltet werden, das vom Strichsignal getriggert wird.
Das folgende Impulsdiagramm (Abb. 41) zeigt in der ersten Zeile das
Strichsignal. Darunter sind die beiden Impulse zu sehen, die zum Zähler



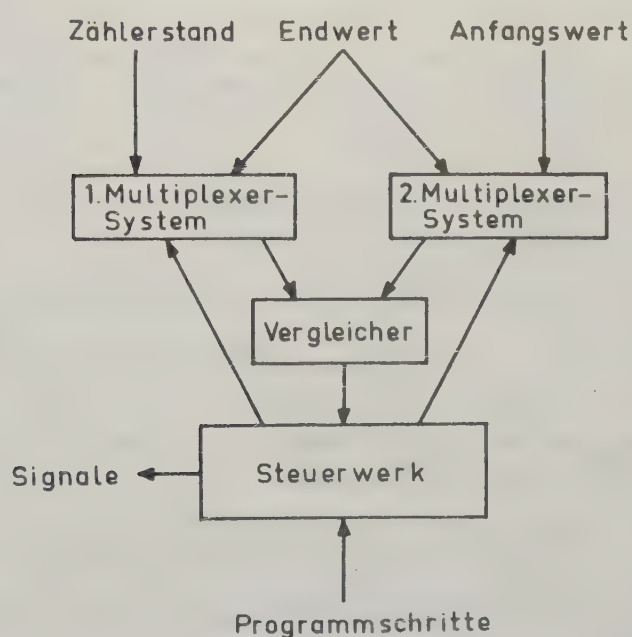
Impulsdiagramm für 7000/45000
Bereichsumschaltung

Abb. 41

geleitet werden. In der dritten Zeile schließlich ist das von der ab-
fallenden Flanke des Strichsignals getriggerte kurze Signal gezeichnet,
das auf den Clock-Eingang von FF4 geht. Nehmen wir einmal an, das Strich-
signal für 45000 Wellenzahlen entsteht. Die Drehrichtung sei aufwärts ge-
schaltet. Zwei Zählimpulse werden ausgelöst noch ehe das Strichsignal
verschwindet. Der Zählerstand beträgt 4500. Am Ausgang von G13 entsteht
ein H-Signal. FF3 kippt. FF4 kippt aber erst nach Verschwinden des Strich-
signals. Wird nun die Drehrichtung geändert, wird sofort FF3 in die ur-
sprüngliche Lage zurückgeschaltet. Fährt der Vorschub dann über den
45000er- Strich zurück, so kippt FF4 in die Ausgangslage zurück. Der
ursprüngliche Zustand ist hergestellt.

h) Vergleich zwischen Zählerstand, Anfangs- und Endwert

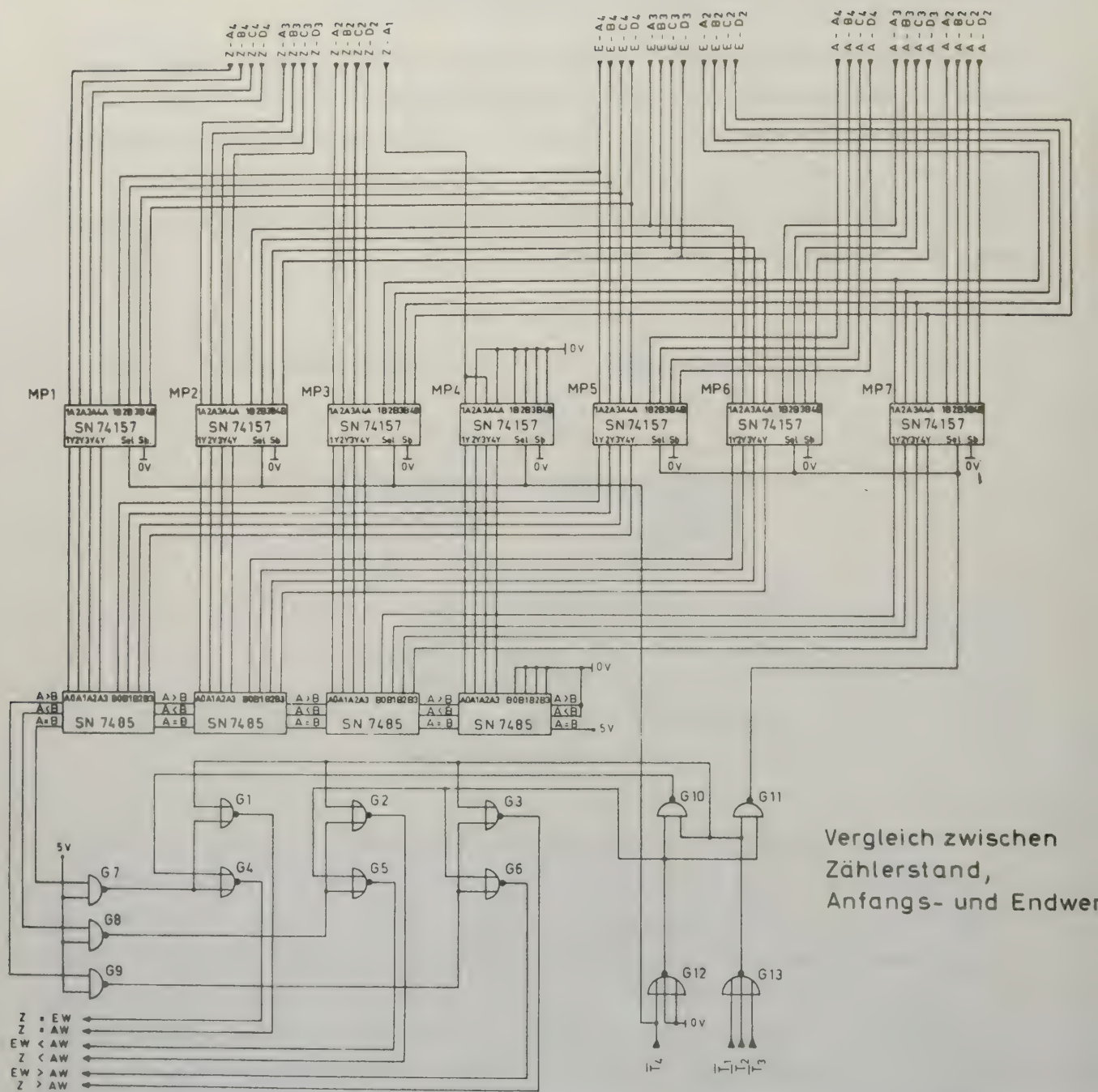
Für die Motorsteuerung müssen während bestimmter Programmschritte Zählerstand (Z), Anfangswert (AW) und Endwert (EW) miteinander verglichen werden. Wie aus dem Programmschema in Abb. 32 zu entnehmen, sind der Zählerstand mit dem Anfangswert (während T_1), der Zählerstand mit dem Endwert (während T_6), und der Anfangswert mit dem Endwert (während T_4) zu vergleichen. Abb. 42 zeigt das entsprechende Blockschaltbild.



Blockschaltbild für
Vergleichsschaltung

Abb. 42

Zunächst werden Zählerstand, Anfangs- und Endwert auf Multiplexer gegeben. Den Multiplexern sind 4bit-Vergleicher nachgeschaltet. Im Steuerwerk entstehen in Abhängigkeit der Programmschritte die Selektionssignale für die Multiplexer. Außerdem werden Signale bei Erfüllung folgender Bedingungen erzeugt: $Z = AW$, $Z = EW$, $AW < EW$, $AW > EW$, $Z < AW$ und $Z > AW$.



Vergleich zwischen
Zählerstand,
Anfangs- und Endwert

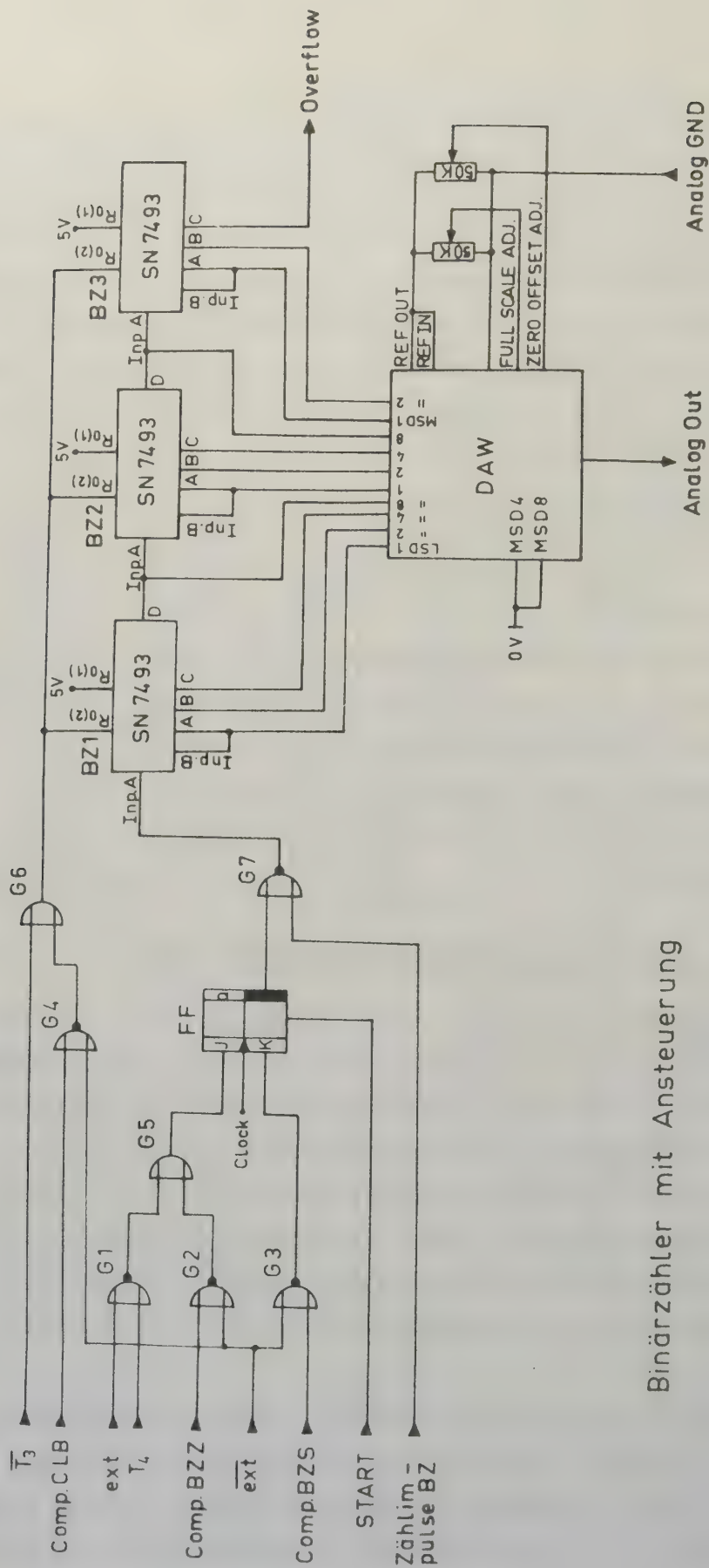
Abb. 43

Den genauen Schaltplan zeigt Abb. 43. Das erste Multiplexersystem besteht aus vier, das zweite aus drei Multiplexern, die je zwei 4bit-Eingänge besitzen. Da Anfangs- und Endwert nur aus drei veränderlichen Ziffern bestehen, benötigt das zweite System nur drei Multiplexer. Die Selektionssignale werden durch die Gatter G10 bis G13 hergestellt. Der Ausgang von G11 liegt während T_5 und T_6 auf L-level. Das bedeutet, daß das zweite Multiplexersystem den Endwert an die Ausgänge durchschaltet. Während der Programmschritte T_1 bis T_4 dagegen wird der Anfangswert zu den Vergleichen geführt. Das Selektionssignal für das erste System wird nur durch den vierten Programmschritt erzeugt. Während dieses Programmschritts wird der Endwert, sonst der Zählerstand an die Ausgänge der Multiplexer geschaltet. Die Ausgänge der Vergleiche liefern die drei Informationen, ob $A = B$, $A < B$ oder $A > B$ ist. Hierin bedeuten A und B die beiden Eingänge, die von den Multiplexersystemen gespeist werden. Zusammen mit den Signalen T_1 bis T_6 , die die Programmschritte bestimmen, werden die drei Ausgänge der Vergleichsschaltung über Gatter miteinander verknüpft, so daß sechs Signalleitungen entstehen. Ist eine der oben genannten Bedingungen erfüllt, so liegt an der entsprechenden Signalleitung ein H-, an allen übrigen ein L-Zustand.

i) Binärzähler für X-Achsen-Ansteuerung des Schreibers

Für die X-Achsen-Ansteuerung des X-Y-Schreibers steht ein separater Binärzähler mit Digital-Analog-Wandler zur Verfügung, der unabhängig von dem in Abschnitt IV 4g2 beschriebenen Vorwärts-Rückwärts-Dezimalzähler arbeitet. Die Zählimpulse sind jedoch für beide Systeme identisch. Infolge dieser doppelten Zählweise läßt sich der Inhalt des Binärzählers für die X-Achsensteuerung bei jeder neuen Messung löschen, ohne den jeweiligen tatsächlichen Wellenlängenstand zu beeinflussen. Dadurch liegt der Anfangspunkt des zu zeichnenden Spektrums immer an derselben Stelle des Schreibers.

Der Schaltplan ist aus Abb. 44 ersichtlich. Bevor die Start-Taste betätigt wird, wird durch das Flip-Flop FF G7 gesperrt. Es können keine Zählimpulse auf den Binärzähler gelangen. Erst wenn eine der folgenden Bedingungen erfüllt ist, wird das Flip-Flop umgeschaltet und damit G7 freigegeben:



Binärzähler mit Ansteuerung

Abb. 44

1. Wenn bei externer Steuerung der Computerbefehl BZZ erfolgt oder
2. wenn bei interner Steuerung der vierte Programmschritt eingeschaltet ist.

Zuvor wird durch T_3 oder durch Computerbefehl CLB der Zähler gelöscht. Das Flip-Flop kippt in die Ausgangslage zurück, wenn entweder bei externer Steuerung der Befehl BZS ausgelöst wird oder wenn das Start-Signal nach vollzogener Messung auf L-level sinkt. Die Ausgänge der Zähler sind mit einem Digital-Analog-Wandler verbunden, der eine dem Zählerstand proportionale Gleichspannung liefert. Diese Spannung steuert direkt die X-Auslenkung des Schreibers. Über die Potentiometer R24 und R25 lassen sich die maximale Höhe und Nullpunkt der Ausgangsspannung einstellen.

k) Erzeugung der QS-, Step- und WLC-Signale

Das QS-Signal muß jedesmal erzeugt werden, wenn der Wellenlängenvorschub im stepweisen Betrieb einen Schritt durchgeführt hat. Durch dieses Signal wird beispielsweise der Motor abgestoppt. Dazu kann aber nicht das Strichsignal verwendet werden, da die Spektren in wahlweisem Abstand von 100, 200, 500 oder 1000 Wellenlängen gemessen werden. Auf welche Weise dieses Signal entsteht zeigt Abb. 45. Die Strichsignale gelangen auf einen Binärzähler, dessen Ausgänge von einem Dekoder entschlüsselt werden. Die Ausgänge 2, 5 und 10 werden entsprechend dem Zählerstand der Reihe nach aktiviert. Der Zählimpuls selbst und die drei genannten Ausgänge des Dekoders gehen auf die Gatter G22 bis G25. Von diesen arbeitet genau eines in Abhängigkeit der gewünschten Schrittweite in Durchlaßstellung. Soll beispielsweise mit einer Schrittweite von 500 Wellenzahlen gemessen werden, so entsteht bei jedem zehnten Zählimpuls (jedem fünften Strich) am Ausgang von G26 ein Signal. Dieses wird durch Monoflop MF4 in einen zeitlich konstanten Impuls verlängert und als Löschesignal zum Binärzähler zurückgeleitet. Der Zählvorgang kann von vorn beginnen.

Gleichzeitig dient dieses Signal auch zur Erzeugung des QS-Befehls am Ausgang von G27. G27 ist deshalb vorhanden, da das QS-Signal nur bei schrittweisem und internem Betrieb und nur während des sechsten Programmschritts (siehe Programmschema) gegeben werden darf. Jedesmal, wenn eine Einzelmessung durch externe Geräte durchgeführt worden ist, muß dem Wellenlängenvorschub ein Befehl übermittelt werden, damit die nächste Wellen-

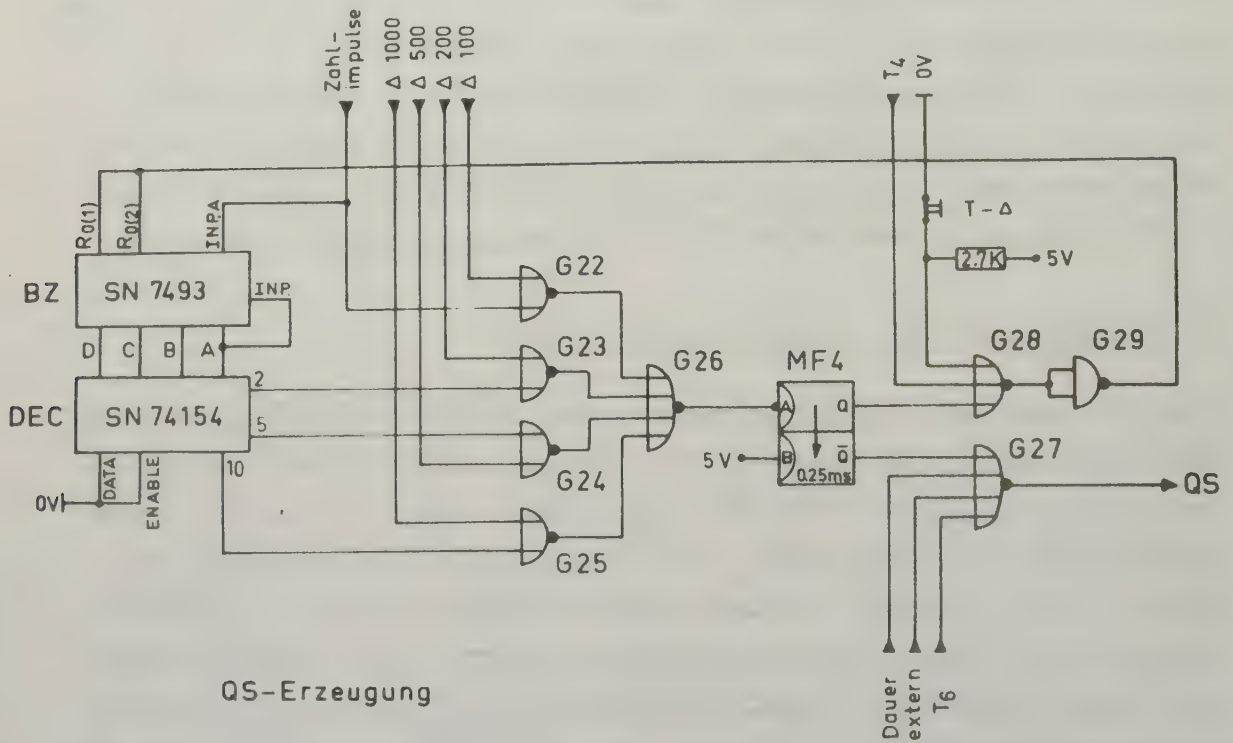
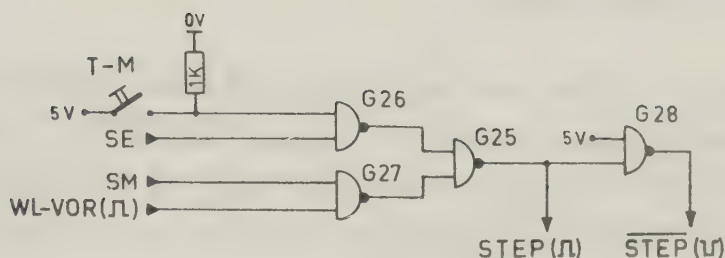


Abb. 45

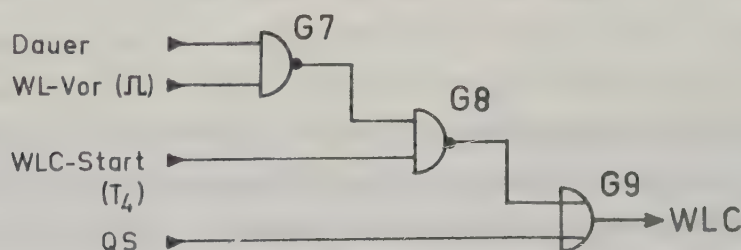
zahl eingestellt werden kann. Dieser Step-Befehl kann aber auch über Taste von Hand gegeben werden. Abb. 46 zeigt die recht einfache Schaltung für die Erzeugung des Step-Signales. Die Tastenbetätigung hat nur Bedeutung, falls das Signal "schrittweise manuell (SM)" vorliegt. Ebenso ist nur bei schrittweiser externem (SE)"Betrieb der von externen Einheiten gegebene Befehl "WL Vor" wirksam.



Step - Erzeugung

Abb. 46

Umgekehrt muß der Wellenlängenvorschub ein Signal erzeugen, wenn die gewünschte Wellenzahl eingestellt ist. Dieses Signal (WLC = Wellenlänge clear) ist der Start-Befehl für externe Meßgeräte. Es kann auf dreifache Weise erzeugt werden. Siehe dazu Schaltplan auf Abb. 47. Bei schrittweiser Messung löst QS-Signal den WLC Befehl aus. Denn das QS-Signal wird ja dann gegeben, wenn eine bestimmte Wellenzahl, bei der gemessen werden soll, erreicht ist. Vor Beginn einer Messung fährt der Wellenlängen-



Erzeugung des WLC-Signals

Abb. 47

vorschub zum Anfangswert. Wenn diese Wellenzahl eingestellt ist, wird aber kein QS-Signal ausgelöst. Deshalb wird bei Meßbeginn der vierte Programmschritt dazu verwendet, über G8 und G9 das WLC-Signal zu geben. Wird kontinuierlich gemessen, so wird ebenfalls kein QS-Signal erzeugt. In diesem Fall wird der WL-Vor-Befehl, das vom externen Gerät ausgeht, als WLC-Signal über G7, G8 und G9 zurückgegeben. Das Phasenmeßgerät leitet bei kontinuierlichem Betrieb gleich nach vollzogener Einzelmessung eine neue Messung ein.

1) Erzeugung des Start-Signals

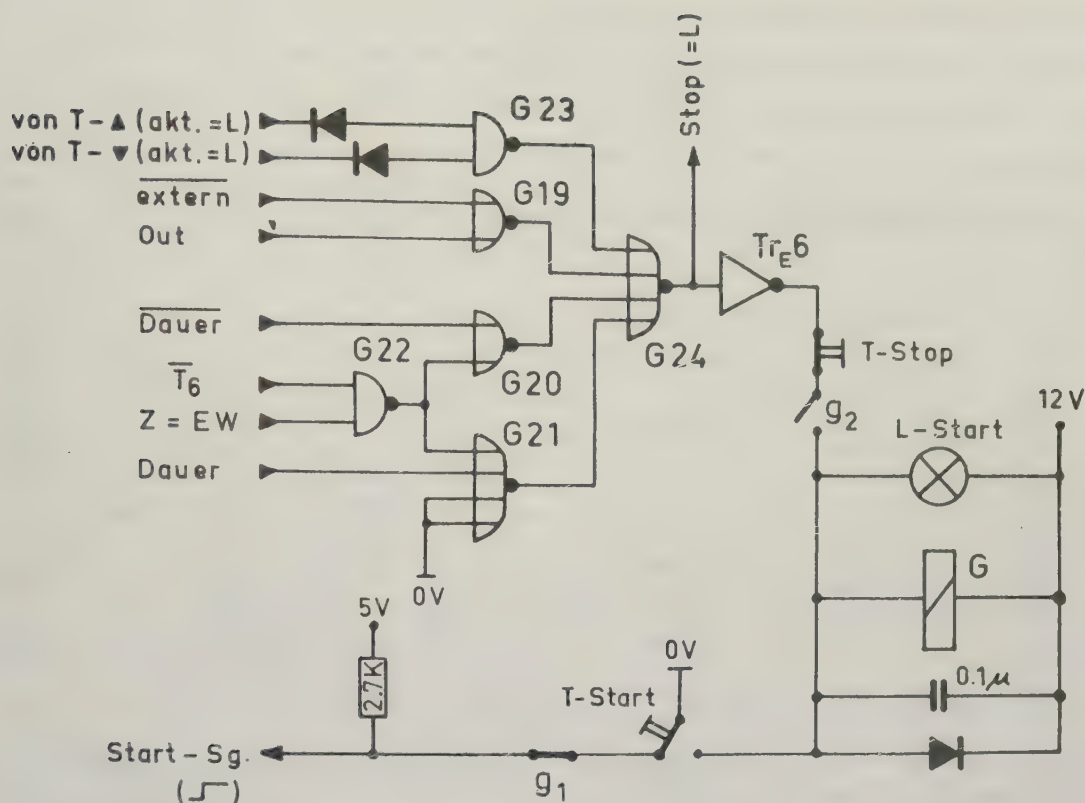
Vom Start-Signal ist schon mehrfach Gebrauch gemacht worden. Dieses Signal soll nach Betätigung der Start-Taste im H-Zustand sein und nach beendeter Messung auf Null Volt zurückfallen. Während das Start-Signal nur durch Tastendruck ausgelöst werden kann, kann es auf vierfache Weise gelöscht werden.

1. Bei externer Steuerung und bei Vorliegen des Computerbefehls OUT.
2. Bei interner Steuerung und wenn während des sechsten Programmschrittes das Signal $Z = EW$ erscheint.
3. Durch Betätigen der Tasten ▲ oder ▼ .
4. Durch Betätigen der Stop-Taste.

Die Schaltung zeigt Abb. 48. Zunächst liegt im Ruhezustand das Start-Signal auf L. Wenn die Start-Taste gedrückt wird, so zieht Relais G an und hält sich über den Selbsthaltekontakt g_2 . Gleichzeitig öffnet sich der Kontakt g_1 . Dadurch liegt das Start-Signal auf H. Voraussetzung für das Selbsthalt von Relais G ist ein H-Zustand am Ausgang von G24. Das ist aber der Fall solange nicht eine der drei ersten obigen Bedingungen erfüllt ist. Bei Betätigen der Stop-Taste wird Relais G stromlos und das Start-Signal fällt in den L-Zustand zurück. Um Verwechslungen zu vermeiden, ist noch daraufhinzuweisen, daß dieses beschriebene Start-Signal nichts mit dem Start-Stop-Signal für den Motor zu tun hat. Das Start-Signal liegt während des gesamten Meßvorganges auf H, während das Start-Stop-Signal unmittelbar den Motor steuert.

m) Start-Stop- und Vorwärts-Rückwärts-Steuerung für Motor

Der Ausgang des Flip-Flops FF1 (Abb. 49 ist direkt mit der Motorsteuerung verbunden, die im nächsten Abschnitt behandelt wird. Wenn auf dieser Leitung ein H-Signal liegt, ist der Motor in Betrieb. Zunächst ist am clear-Eingang von FF1, solange die Start-Taste noch nicht betätigt ist, ein L-Zustand vorhanden. Der Motor kann nicht gestartet werden. Erst wenn das



Erzeugung des Start - Signals

Abb. 48

Start-Signal auf H-level wechselt, wird FF1 freigegeben. Anhand des Programmschemas (Abb. 32) läßt sich leicht erkennen, wann Start- und Stop-Befehle zu geben sind. Start-Befehl (am J-Eingang von FF1 H-Signal) ist zu erteilen, wenn

$$\left\{ \text{extern} \wedge \overline{\text{MON}} \right\} \vee \left\{ \overline{\text{extern}} \wedge (\overline{T_2} \vee (\overline{T_5} \wedge \text{Dauer}) \vee (\overline{T_6} \wedge \text{Step})) \right\} \text{ erfüllt}$$

ist.

Der Stop-Befehl hat zu erfolgen (am K-Eingang von FF1 L-Signal), wenn

$$\left\{ \text{extern} \wedge \overline{\text{MOU}} \right\} \vee \left\{ \overline{\text{extern}} \wedge (\overline{T_3} \wedge (Z=AW)) \vee (\overline{T_6} \wedge \overline{QS} \wedge \overline{\text{Dauer}}) \right\} \text{ erfüllt ist.}$$

Aus dem Schaltplan ist leicht zu ersehen, daß G5 bis G18 diese Logik erzeugen .

Die Vorwärts-Rückwärts-Steuerung übernimmt das Flip-Flop FF2 (Abb. 50). Der Set- und Clear-Eingang von FF2 sind mit den Tasten T-▲ und T-▼ verbunden. Die Tastenbefehle sind allen anderen Befehlen vorrangig. Der Motor muß vorwärts laufen (am J-Eingang von FF2 liegt ein H-Signal), wenn $\{ \text{extern} \wedge \text{MUP} \} \vee \{ \overline{\text{extern}} \wedge (\overline{T_1} \wedge (Z > AW)) \vee (\overline{T_4} \wedge (EW < AW)) \}$ erfüllt ist.

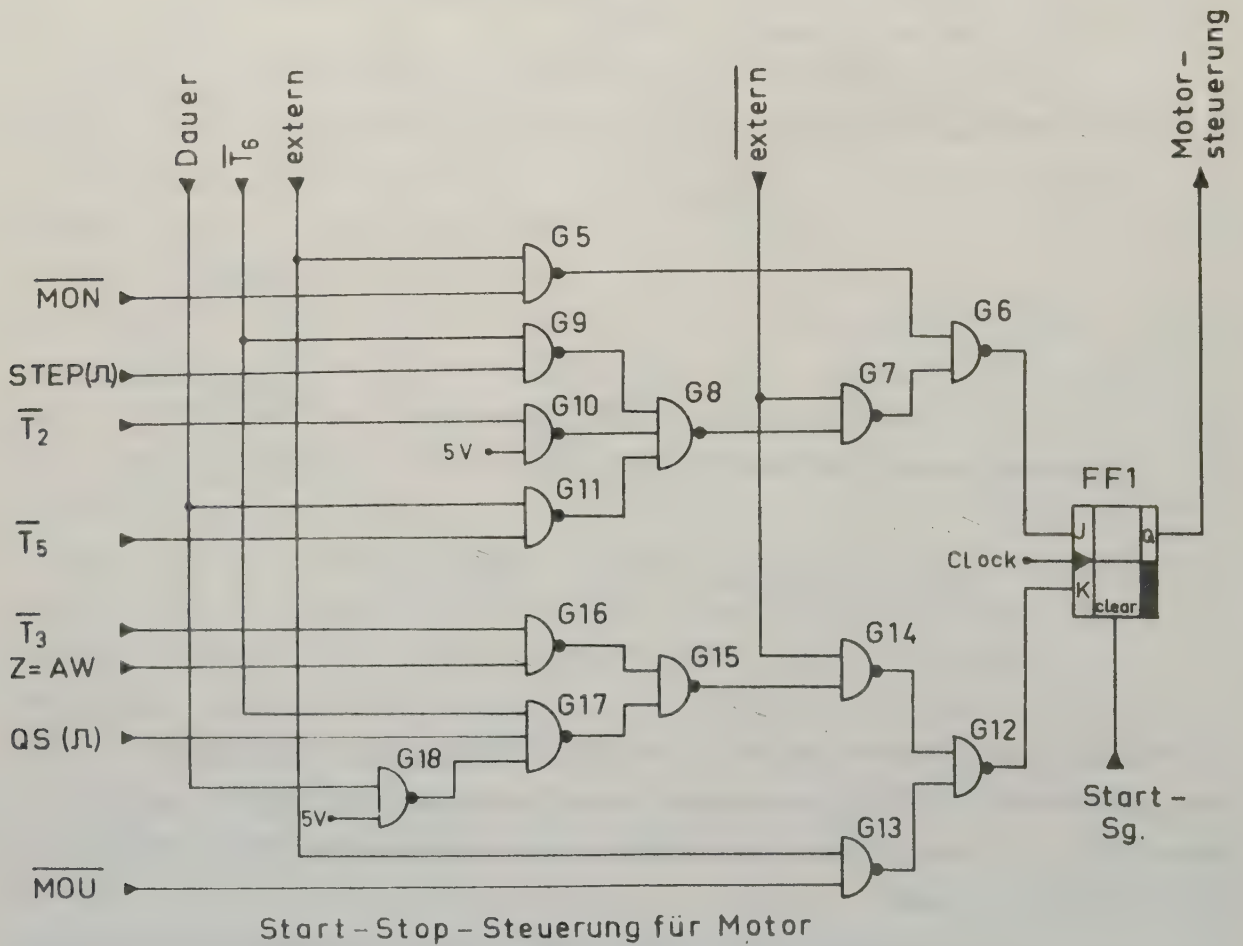
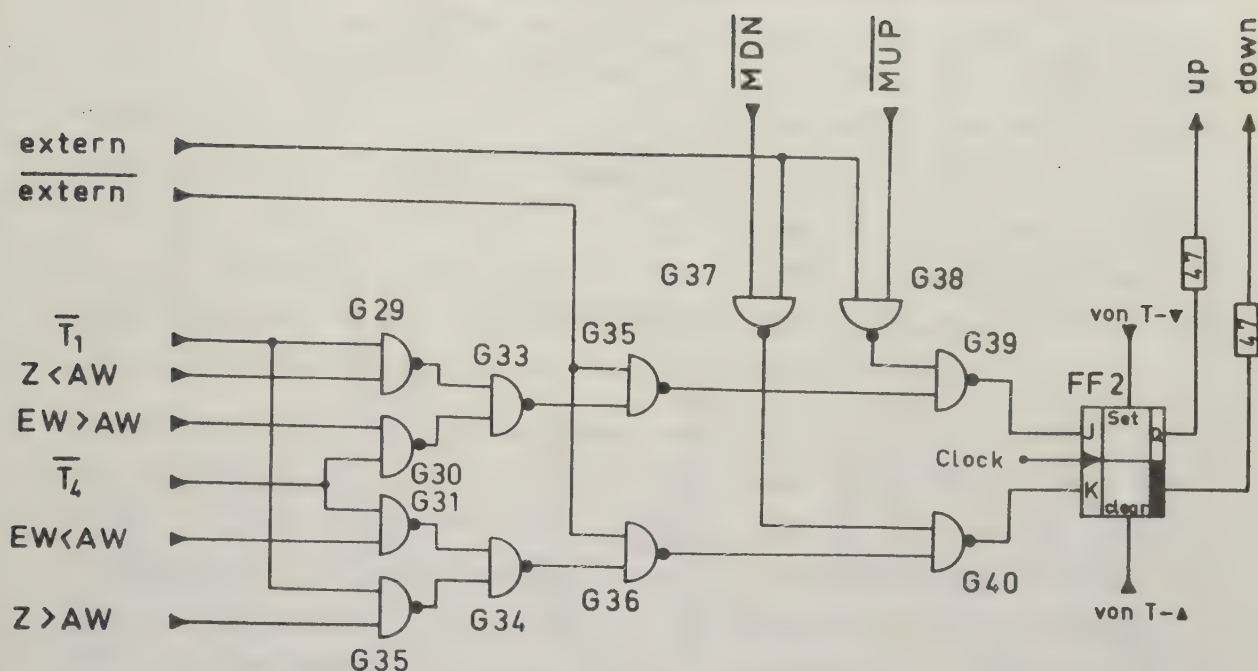


Abb. 49

Wenn andererseits

$\{ \text{extern} \wedge \text{MDN} \} \vee \{ \overline{\text{extern}} \wedge (\overline{T_1} \wedge (Z < AW)) \vee (\overline{T_4} \wedge (EW > AW)) \}$ gilt,

wird die Drehrichtung des Motors rückwärts geschaltet. (Am K-Eingang von FF2 liegt ein H-Signal).



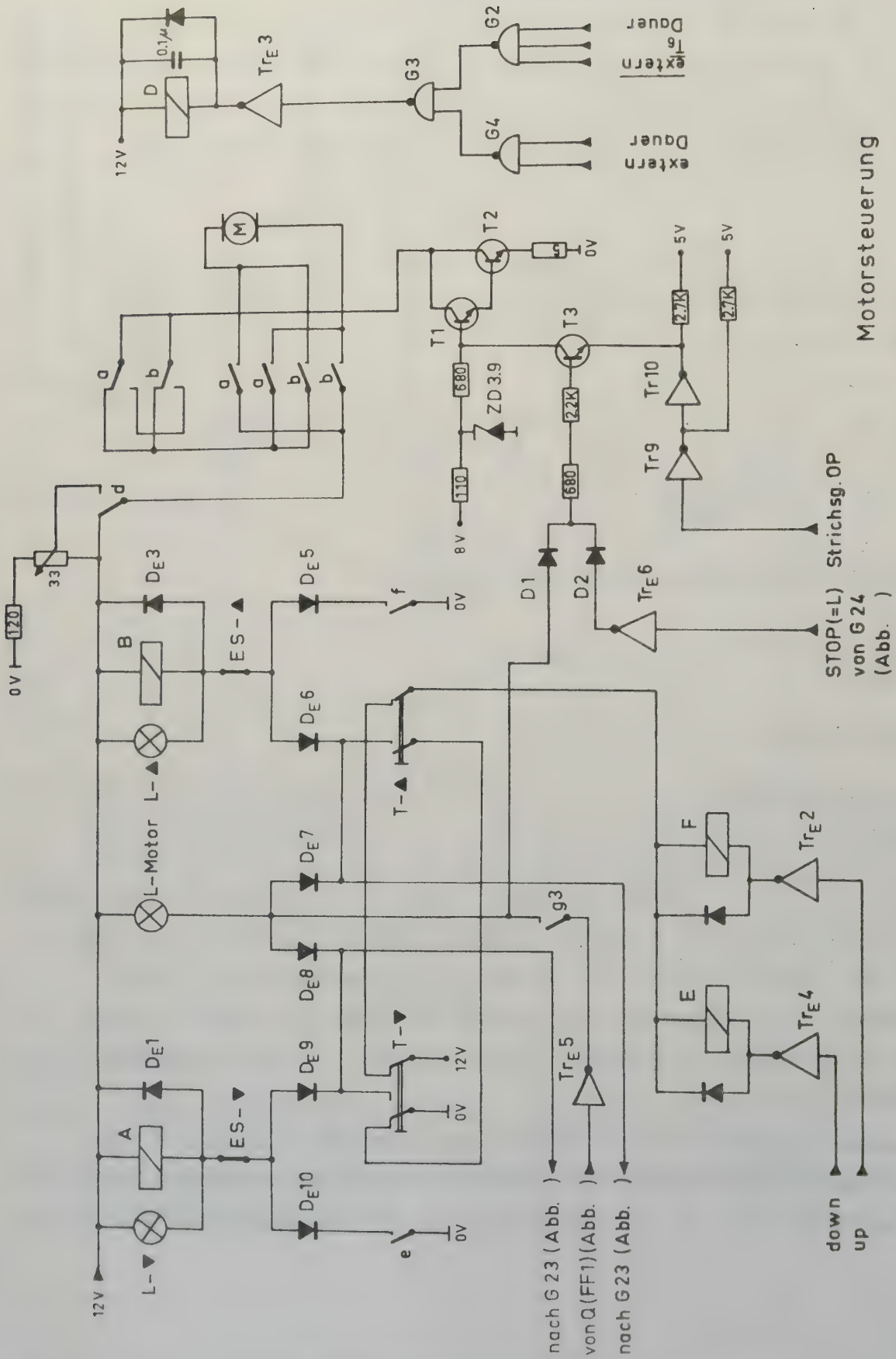
Vorwärts - Rückwärts - Steuerung für Motor

Abb. 50

Motorsteuerung

Die Steuerung des Motors selbst wird über Relais vorgenommen (Abb. 51). Die Drehrichtung wird durch die Relais E und F festgelegt. Diese werden von den Ausgängen des Flip-Flop FF2 (Abb. 50) über Treiber angesteuert. Die Relais E bzw. F schalten die Relais A bzw. B, deren Kontakte den Motor entsprechend polen. E bzw. F fallen ab, sobald eine der Tasten T-▲ oder T-▼ gedrückt worden ist. In diesem Falle werden A oder B über die Tasten direkt angezogen. Die Endschalter ES-▲ bzw. ES-▼ bringen A bzw. B zum Abfall. Sind weder A noch B erregt, so liegt ein Eingang des Motors offen.

Der andere Eingang des Motors liegt an den Transistoren T1 und T2. Solange diese durchgeschaltet sind, läuft der Motor. Dazu darf aber T3 nicht durchschalten. T3 ist durchgeschaltet, wenn an D1 oder an D2 ein



Motorsteuerung

Abb. 51

H-Signal liegt. Die beiden Dioden-Eingänge sind über Treiber mit den Ausgängen von G24 (Abb. 48) bzw. von Tr_E5 verbunden. Der Ausgang von Tr_E5 liegt bei entsprechender Schaltstellung von FF1 (Abb. 49) und bei angezogenem Relais G auf L. Bei Stop-Befehl, der durch G24 (Abb. 48) ausgelöst wird, wird sofort über D1 der Motor abgeschaltet. Der Emitter von T3 wird durch das Strichsignal hochgelegt, so daß T3 sperrt. Dadurch bleibt der Antriebsmotor niemals genau an einem Strich stehen, sondern immer etwas daneben. Das ist deshalb notwendig, damit beim Umschalten der Drehrichtung keine falsche Zählung der Strichsignale erfolgen kann.

Der Umschaltkontakt d ermöglicht es, den Motor verschieden schnell laufen zu lassen. Das ist aber nur erforderlich, wenn kontinuierlich gemessen wird. In jedem anderen Fall, insbesondere, wenn der Monochromator den Anfangspunkt des Spektrum aufsucht, liegt volle Spannung an (12 Volt). Das Relais D wird über die Gatter G2 bis G4 gesteuert. Es ist angezogen, falls bei internem Betrieb der sechste Programmschritt eingeschaltet ist und kontinuierlich gemessen wird. Ebenso muß es bei externer Betriebsart und bei Bestehen des Computerbefehls Dauer angezogen sein.

o) Federansteuerung

Die Federansteuerung zeigt Abb. 52. Die Logik wird durch die Gatter G41 bis G45 und das Flip-Flop FF3 erzeugt. Das Flip-Flop schaltet über einen Treiber das Relais H. H zieht an, wenn der Q-Ausgang von FF3 auf H-level liegt. Das ist der Fall, wenn zunächst durch Betätigen der Start-Taste der clear-Eingang von FF3 auf H liegt und wenn

$(\overline{\text{extern}} \wedge \overline{T_4}) \vee (\text{extern} \wedge \text{FDN})$ erfüllt ist. Dann schließt Kontakt h und dadurch liegen auf der Leitung zur Feder am X-Y-Schreiber Null Volt. Die Feder senkt sich. Natürlich muß auch der Wechselkontakt g in Arbeitsstellung sein. Das ist aber während der Messung erfüllt.

Die Feder muß sich heben, wenn die Bedingung

$(\overline{\text{extern}} \wedge \overline{T_6}) \vee (\text{extern} \wedge \text{FUP})$ gilt.

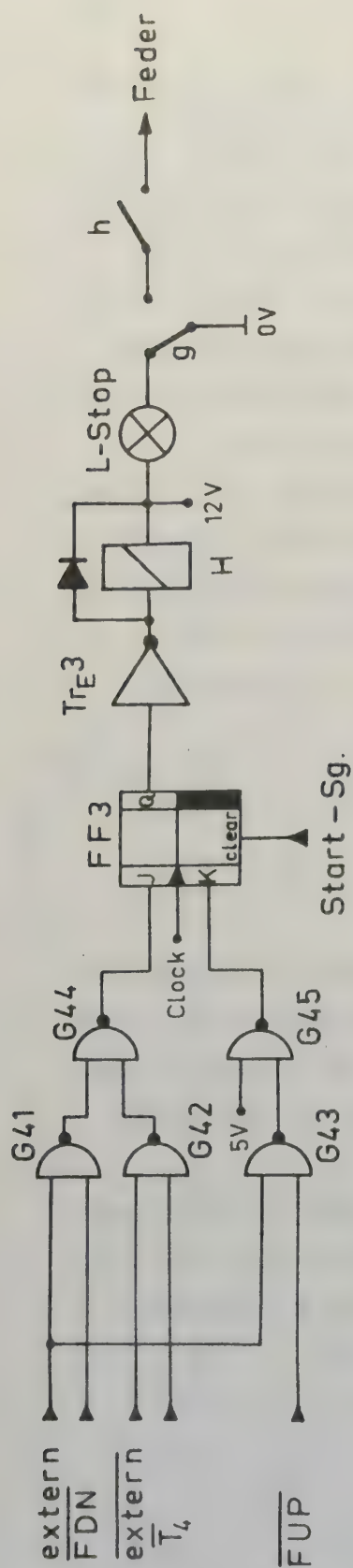


Abb. 52

Feder - Ansteuerung

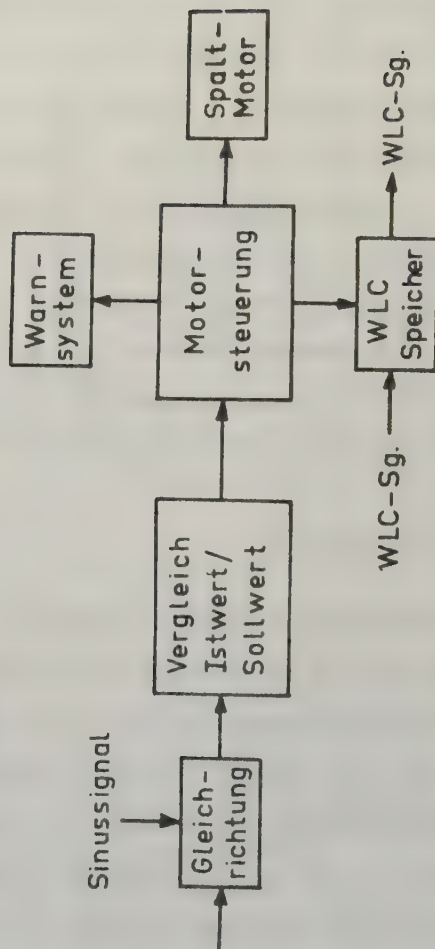


Abb. 53

Blockschaltbild für Spaltautomatik

5. Spaltautomatik

Die Intensität des Lumineszenzlichtes hängt natürlich stark von der Wellenlänge des Erregerlichtes ab. Infolgedessen ist auch die Amplitude des 13Hz-Sinussignals wellenlängenabhängig. Zwar hat diese Tatsache keinen Einfluß auf die Phasenlage, doch ist es besser, mit möglichst engem Erregerlichtspalt zu arbeiten, um eine gute Auflösung zu erreichen. Zu diesem Zweck wurde eine Spaltautomatik gebaut, die eine möglichst enge Einstellung vornimmt.

Abb. 53 zeigt das Blockschaltbild dieser Anordnung. Zunächst wird das Sinussignal gleichgerichtet. Diese Gleichspannung wird mit drei festen verschiedenen Sollspannungen verglichen. Wird der oberste Sollwert überschritten, so muß sich der Spalt schließen bis der mittlere Sollwert erreicht ist. Wird andererseits der untere Sollwert unterschritten, so öffnet sich der Spalt bis der Istwert mit dem Sollwert übereinstimmt. Wird der Spalt bis zum größtmöglichen Wert geöffnet und liegt trotzdem der Istwert niedriger als der untere Sollwert, so wird wegen Intensitätsmangel ein Warnsignal gegeben. Weiterhin ist zu beachten, daß das WLC-Signal erst dann erteilt werden darf, wenn der Spalt richtig eingestellt worden ist. Das vom Wellenlängenvorschub gegebene WLC-Signal muß also solange gespeichert werden, bis der Spaltmotor wieder zum Stillstand gekommen ist. Aus Abb. 54 ist der genaue Schaltplan für die Gleichrichtung und den Vergleich von Ist- und Sollwert zu ersehen. Das Sinussignal wird zunächst über die Eingangskapazität und den Spannungsteiler in den positiven Spannungsbereich angehoben. Der nachfolgende Operationsverstärker dient zur Entkopplung, damit nicht durch zu große Belastung das Eingangssignal zusammenbricht. Die Gleichrichtung erfolgt durch die Diode und die Kapazität, die dem Ausgang des Operationsverstärkers nachgeschaltet sind. Der Vergleich mit den festen Spannungen wird durch drei als Subtrahierer geschaltete Operationsverstärker vorgenommen. Die Sollspannungen lassen sich durch die beiden Potentiometer P2 und P3 einstellen. Mit P3 wird die untere Sollspannung einreguliert (8 bis 15 Volt). Die obere Sollspannung läßt sich mit 2P wählen. Die dritte Festspannung schließlich ist nicht

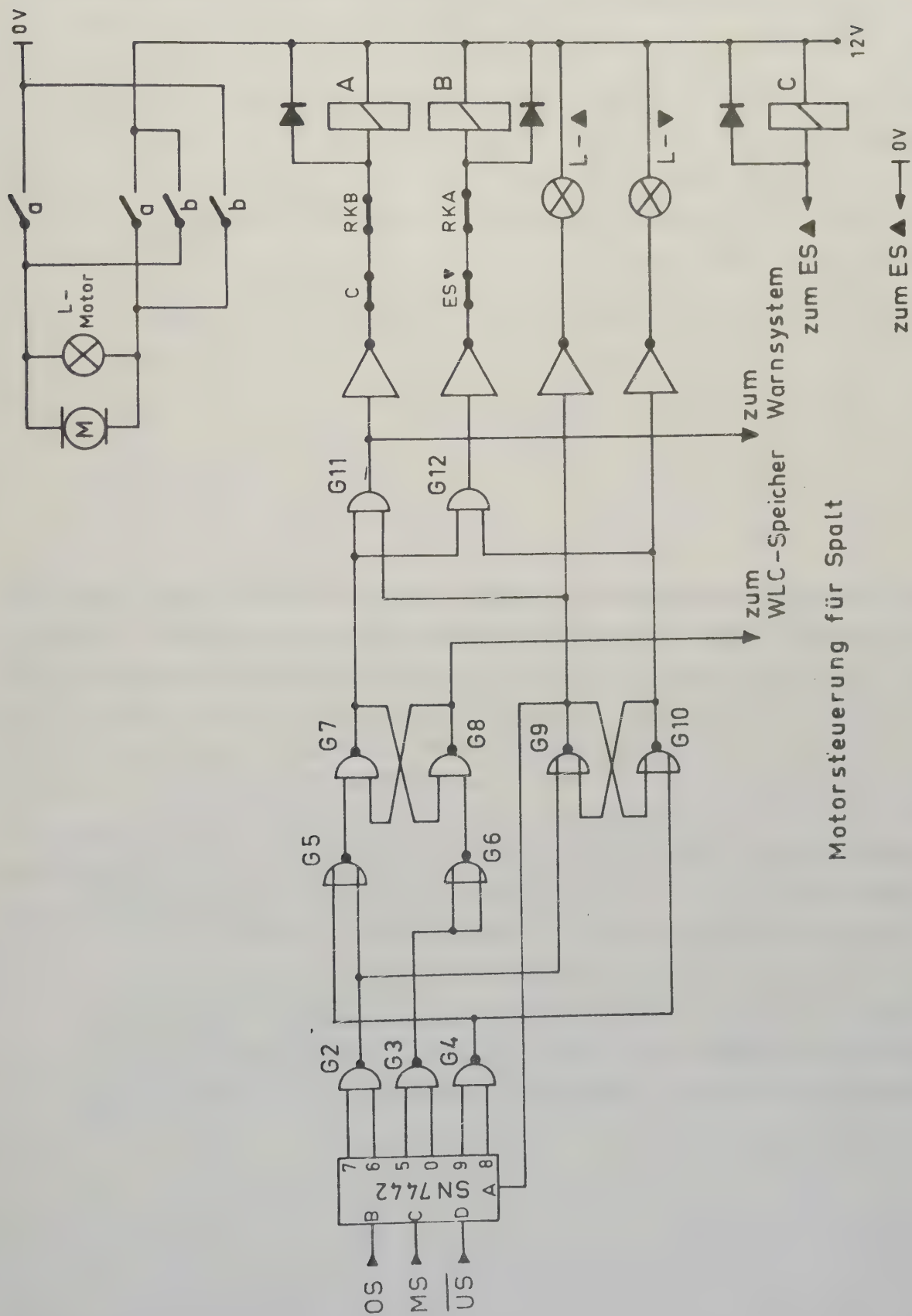


Abb. 55

einstellbar und nimmt immer genau den Mittelwert zwischen den beiden anderen Spannungen an. Die Ausgänge der Operationsverstärker liegen auf 15 Volt, wenn die jeweilige Sollspannung erreicht ist. Die folgende Tabelle gibt an, wie der Motor in Abhängigkeit dieser Signale zu schalten ist.

Mp 3 unt.	Mp 2 mittl. Sollwert	Mp 1 ober.	Drehr. L= ↓ H= ↑	Mot.Bef.	Ausgänge vom Dekoder					
					6	7	5	0	9	8
L	H	H	L	↓	L	H	H	H	H	H
L	H	H	H	↓	H	L	H	H	H	H
L	H	L	H	Stop	H	H	L	H	H	H
L	L	L	L	Stop	H	H	H	L	H	H
L	L	L	H	↑	H	H	H	H	L	H
L	L	L	L	↑	H	H	H	H	H	L

Um die Befehle für den Motor zu erzeugen, werden die drei Signale und die Information über die eingestellte Drehrichtung (aufwärts = H) auf einen Dekoder gegeben. Es wurde so kodiert/11/, daß am Ausgang des Gatters G2 ein H-Signal vorhanden ist, wenn der Motor den Spalt zudrehen soll (Abb. 55). Der Ausgang von G4 liegt auf H, wenn der Spalt aufgedreht werden soll. Die beiden R-S-Flip-Flops (G7 und G8 bzw. G9 und G10) haben die Aufgabe, das Start-Stop-Signal und den Vorwärts-Rückwärts-Befehl für den Motor zu erzeugen. Über die beiden folgenden AND-Gatter G11 und G12 werden die Relais A bzw. B gesteuert. Ist keines von den beiden Relais erregt, so steht der Motor.

Abb. 56 zeigt die Speicherung für das WLC-Signal. Wenn der Motor in Betrieb ist, liegt auf der Eingangsleitung ein L-Signal. Dadurch wird G4 gesperrt. Entsteht nun ein WLC-Signal, so wird es im R-S-Flip-Flop, bestehend aus G2 und G3, gespeichert. Am Ausgang von G2 liegt dann ein

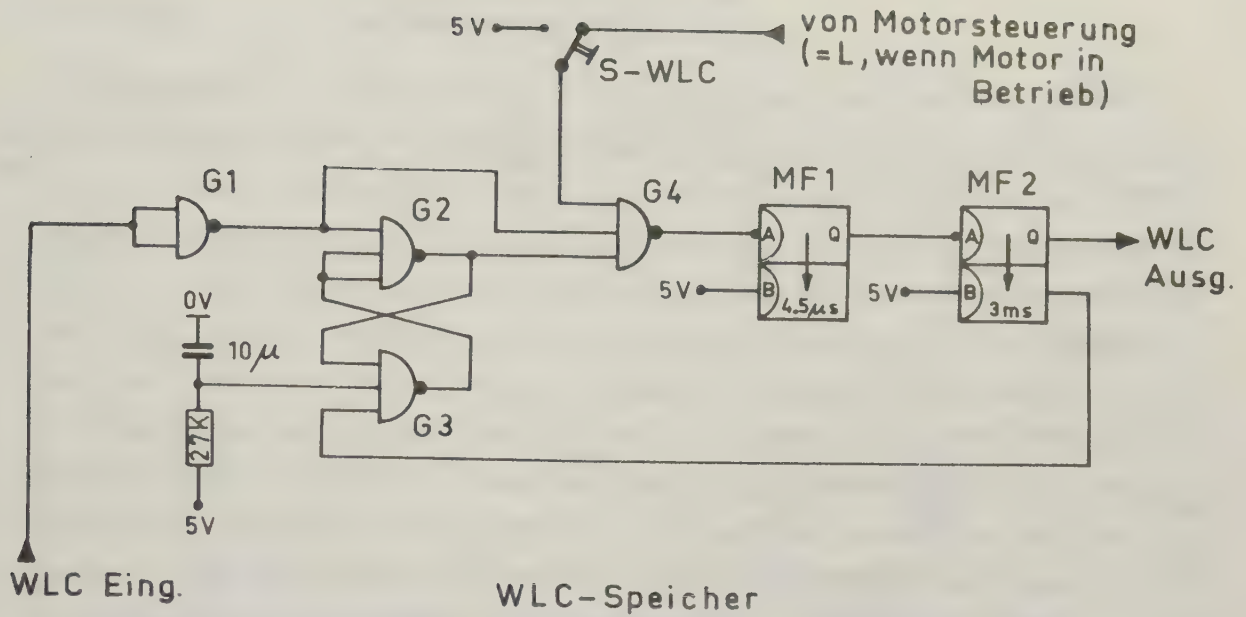
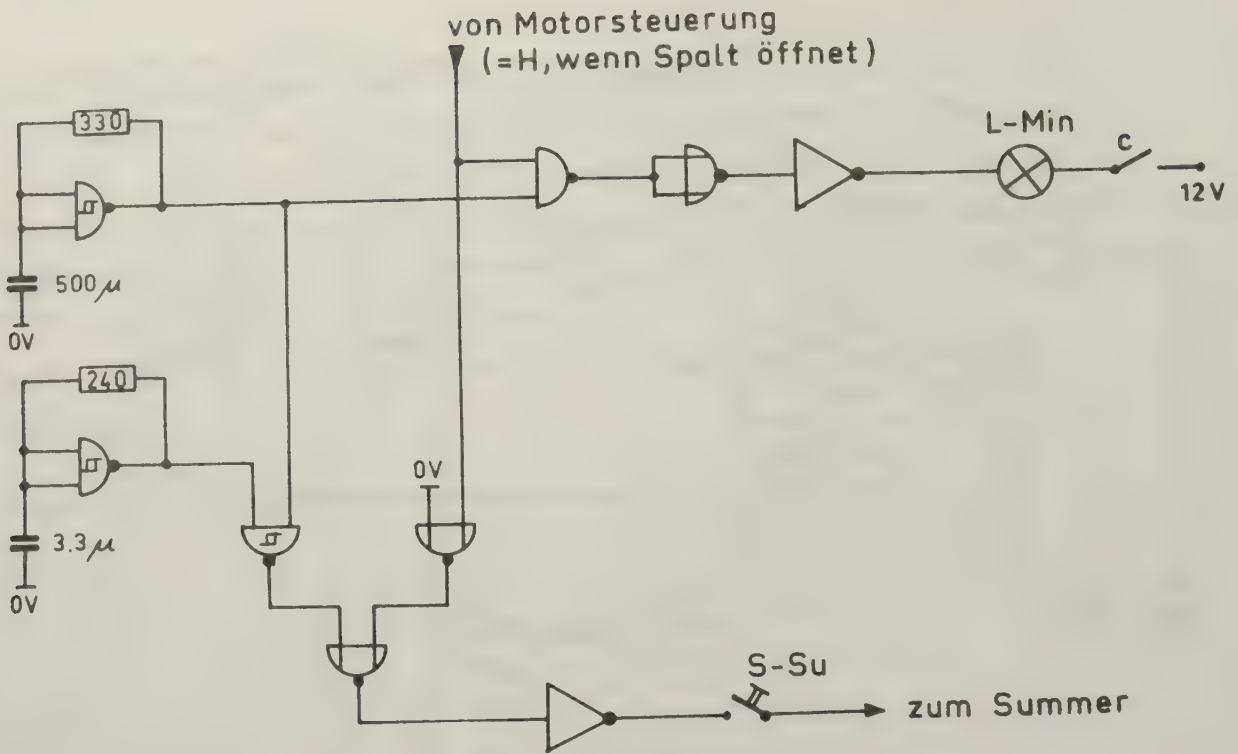


Abb. 56

H-Signal. Sobald der Motor abstoppt, sind an allen drei Eingängen von G4 H-Signale vorhanden. Die Monoflops MF1 und MF2 erzeugen dann ein neues WLC-Signal. Gleichzeitig wird durch das Signal am Q-Ausgang von MF2 das R-S-Flip-Flop zurückgekippt, so daß es für eine weitere Speicherung vorbereitet ist. Nach Umlegen des Schalters S-WLC hat die Spaltautomatik keinen Einfluß auf das WLC-Signal.

Das Warnsystem (Abb. 57) erzeugt optische und akustische Signale, falls der Spalt nicht mehr weiter aufgedreht werden kann, obwohl der Ist-Wert des Signals unter dem unteren Sollwert liegt.



Warnsystem

Abb. 57

6. Erprobung der Apparatur

a) Eichung und Genauigkeit der Spektren

Bevor die ersten Spektren gemessen werden, müssen noch zwei Dinge geklärt werden. Zunächst ist eine genaue Korrelation zwischen Zählerstand und Phasenverschiebung anzugeben. Bisher wurde nur davon ausgegangen, daß bei höherer bzw. niedriger Zählrate der Polarisationsgrad größer bzw. kleiner ist. Zweitens ist zu untersuchen, wie groß das Signal-Rausch-Verhältnis der gesamten Anordnung ist und wie stark dadurch die Messungen beeinflusst werden.

a1) Eichung

Es wurde bereits in Abschnitt IV 3a daraufhingewiesen, daß die Sektorenblende in Bezug auf die Polarisationsrichtung des rotierenden Polarisators verdreht werden kann. Auf diese Weise lassen sich bei einer bestimmten Phasenlage verschiedene Zählraten erreichen. Es ist natürlich sinnvoll, die Sektorenblende so einzujustieren, daß bei einer Phasenverschiebung, die Null beträgt, der Zähler auch Null anzeigt. Zu diesem Zweck wird anstelle der Substanz ein depolarisierendes Pergamentpapier im Probenhalter befestigt. Das vom Papier ausgestrahlte Licht besitzt den Polarisationsgrad Null. Dann wird bei verschiedenen Stellungen des Polarisators die Zählrate beobachtet. Die Sektorenblende wird solange verdreht, bis der Zähler Null anzeigt. Nach gewissen Zeitabständen ist die Justierung zu überprüfen und gegebenenfalls erneut vorzunehmen.

Nach dem Nullpunkt festgelegt ist, kann die Zählrate ermittelt werden, die dem Polarisationsgrad von 0.5 entspricht. Sie läßt sich leicht anhand folgender Skizze bestimmen (Abb. 58).

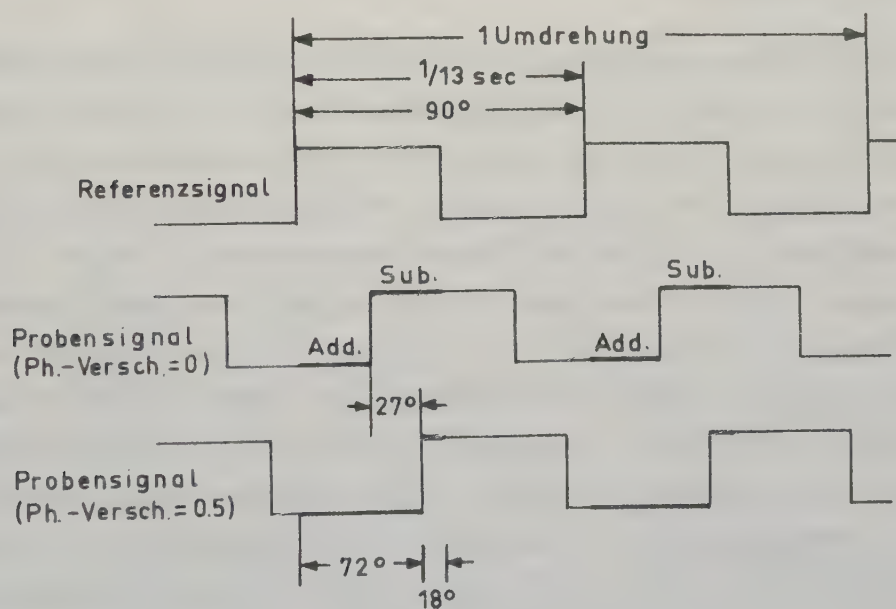


Abb. 58

Die erste Zeile stellt das Referenzsignal dar. In der zweiten Zeile ist das Probensignal mit einer Phasenverschiebung, die als Null definiert ist (Abschnitt IV 3a), gezeichnet. Die Zählrate ergibt für diesen Fall natürlich auch Null, da während derselben Zeitspannen addiert bzw. subtrahiert wird. In der dritten Zeile schließlich ist das Probensignal mit größtmöglicher Phasenverschiebung (27^0) eingezeichnet. Die Verschiebung um 27^0 entspricht einem Polarisationsgrad von 0.5 (siehe Abschnitt IIb). Die Zählimpulse haben eine Frequenz von 12500 Hz. Ein Grad in der Phasenlage entspricht einer Zeitspanne von $1/16 \times 1/90$ sec. In dieser Zeit werden dann $1/26 \times 1/90 \times 12500$ Impulse erzeugt. Liegt das Probensignal so, wie es in der Abbildung dargestellt ist, so wird während einer halben Umdrehung $1/26 \times 1/90 \times 72$ sec addiert und $1/26 \times 1/90 \times 18$ sec. lang subtrahiert. Daraus ergeben sich für eine ganze Umdrehung 577 Impulse. Das bedeutet also, daß die Zählrate von 577 einem Polarisationsgrad von 0.5 entspricht. Der Y-Maßstab des Schreibers läßt sich so wählen, daß beispielsweise einem Zentimeter auf dem Papier einer Zählrate von 577/5 oder einem Polarisationsgrad von 0.1 entsprechen.

a2) Signal-Rausch-Verhältnis

Das Rauschen der gesamten Anordnung wird durch die elektronischen Schaltungen, besonders aber durch den Multiplier verursacht. Die hochfrequenten Rauschanteile werden durch geeignete Filterschaltungen beseitigt. Jedoch kann das Langzeitrauschen /20/ nicht vollständig ausgelöscht werden, da die Meßsignale von 13 Hz in diesem Frequenzbereich liegen. Intensitätsschwache Signale können daher nicht beliebig verstärkt werden, da das Rauschen ebenso mitverstärkt wird. Da das Rauschen im wesentlichen vom Multiplier abhängt, wurde jederverwendete Typ eigens auf das niederfrequente Rauschen untersucht. Gleichzeitig wurde auch die Empfindlichkeit im ganzen Spektralbereich ermittelt. Zu diesem Zweck wurde anstelle der Probe ein Pergamentpapier in den Küvettenhalter gebracht. Bei verschiedenen Wellenlängen wurden dann jeweils 10mal die Zählraten registriert. Die Schwankungen in den Zählraten sind ein Maß für das Rauschen. Natürlich muß dabei die elektronische Verstärkung konstant gehalten werden. Der Spalt für das Anregungslicht wurde jeweils soweit aufgedreht, daß das Probensignal am Eingang vom Schmitt-Trigger immer drei Volt Spitze-

Spitze betrug. Werden für die einzelnen Multiplier die erforderlichen Spaltbreiten gegen die Wellenzahlen aufgetragen, so ergeben sich spektrale Empfindlichkeitskurven der Meßanordnung. Gleichzeitig sind die Schwankungen bei jeweils zehn Einzelmessungen eingetragen. So läßt sich für die verschiedenen Meßzwecke der jeweils geeignete Multiplier auswählen. Die folgenden Abbildungen zeigen die gemessenen Kurven (Abb. 59 - 63).

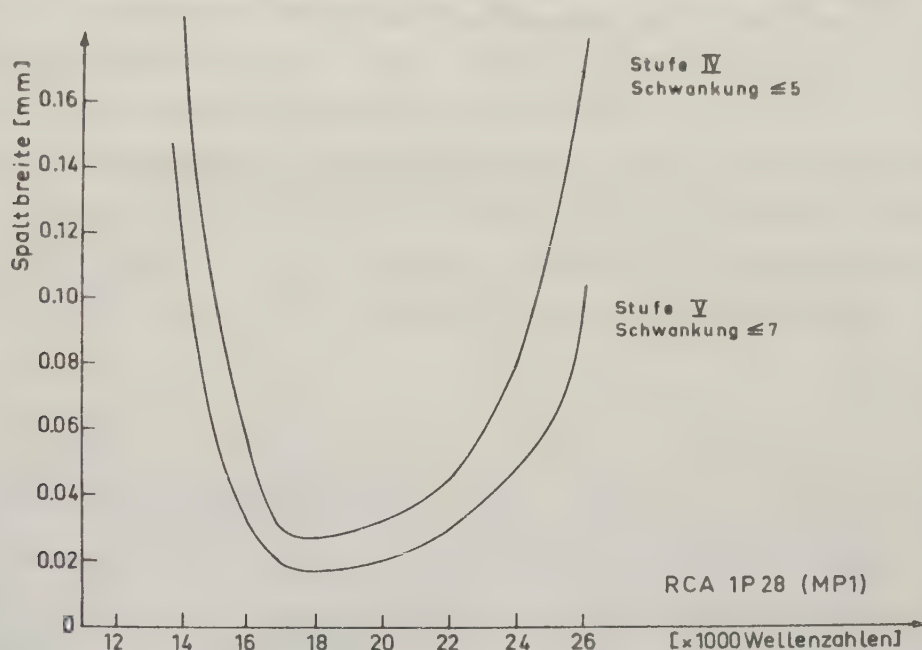


Abb. 59

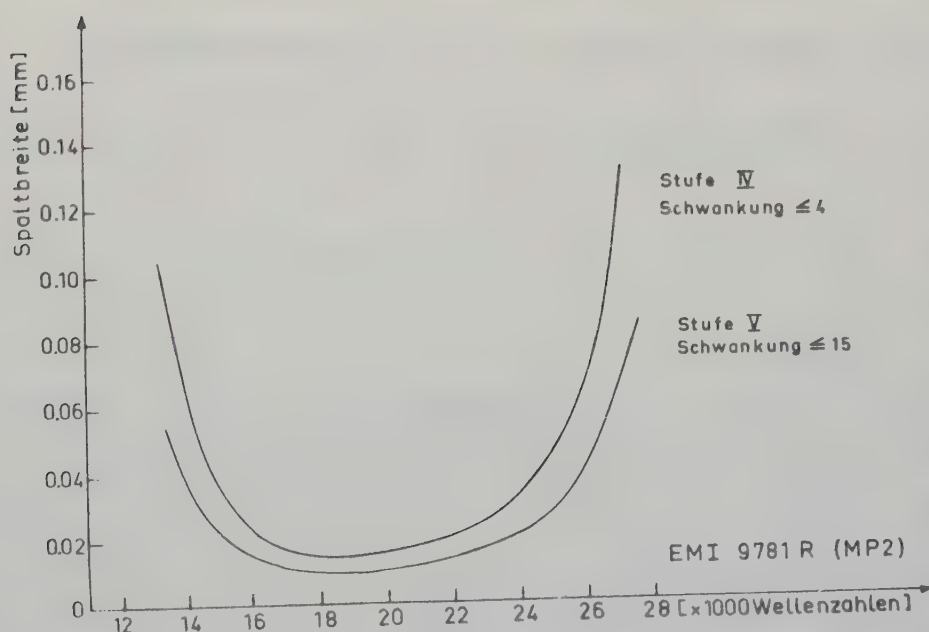


Abb. 60

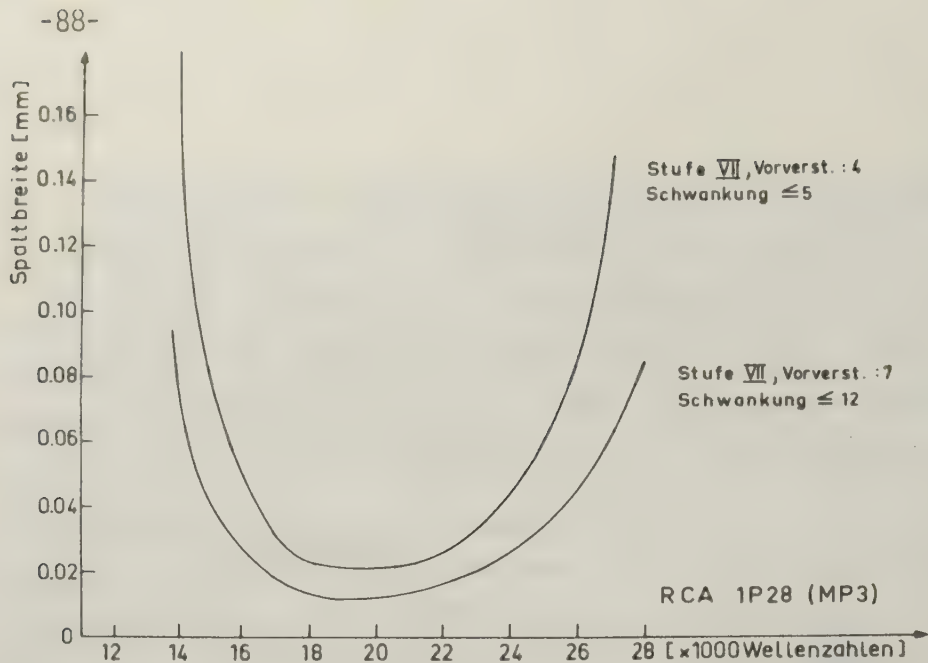


Abb. 61

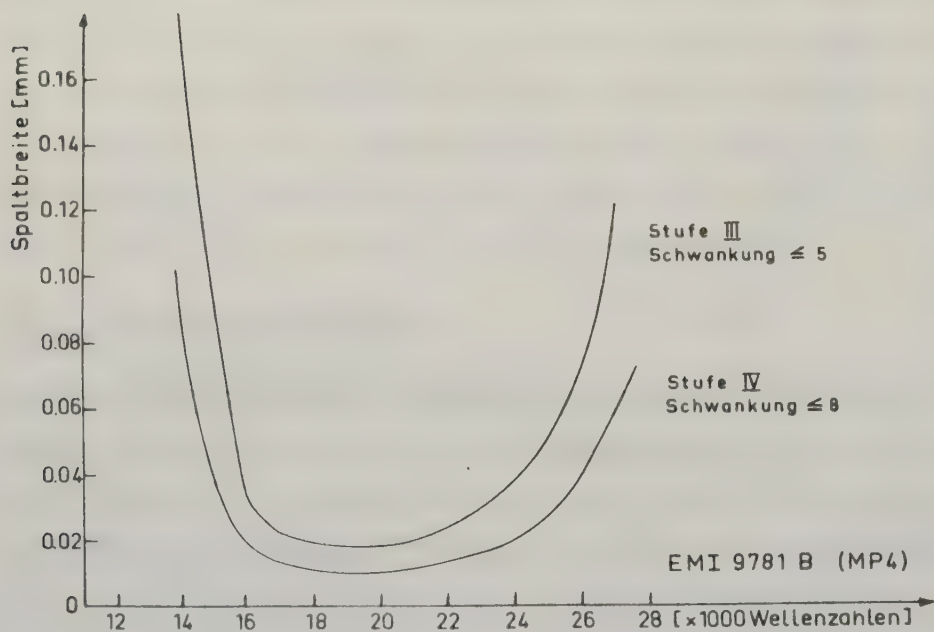


Abb. 62

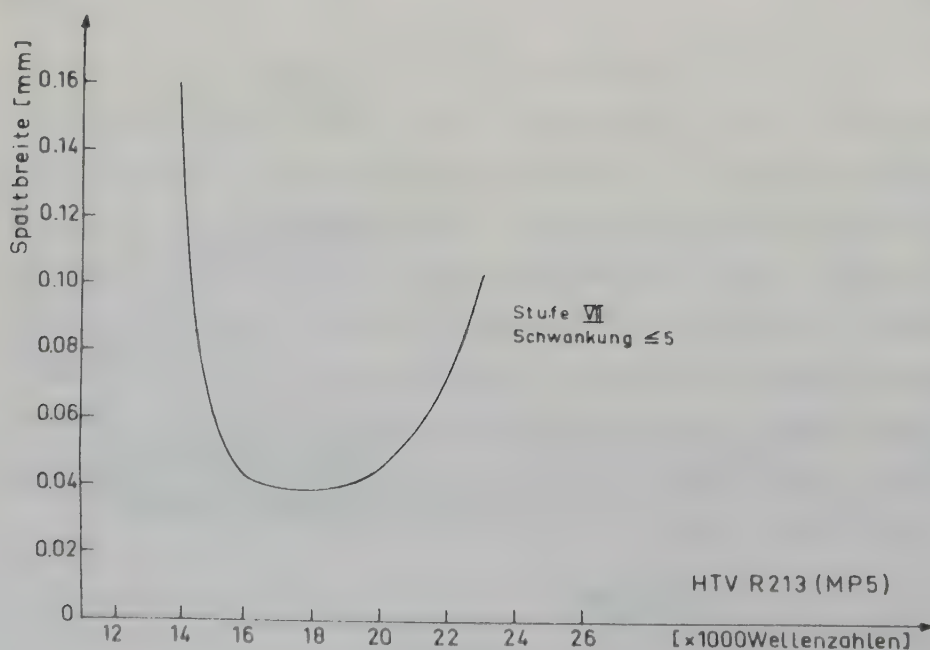


Abb. 63

Wie man aus den Abbildungen entnimmt, sind die verwendeten Multiplier im roten Spektralbereich nicht besonders leistungsfähig. Um aber auch die Möglichkeit zu haben, unter etwa 16000 Wellenzahlen gute Meßresultate erzielen zu können, war es erforderlich, mit einem gekühlten rot-empfindlichen Multiplier zu arbeiten. Eine zu diesem Zweck angeschaffte Kühlkammer gestattet es, den Multiplier bis auf -50°C zu kühlen. Der von uns benutzte Multiplier EMI 9658A besitzt eine im roten Spektralbereich günstige Quantenausbeute [21]. Mit diesem Multiplier wurde ebenso wie bei den anderen die Empfindlichkeitskurve bei -50°C ermittelt. Man sieht (Abb. 64), daß insgesamt das Signal-Rausch-Verhältnis günstiger als bei den ungekühlten Multipliern ist. Der besondere Vorteil liegt aber darin, daß bis zu etwa 13000 Wellenzahlen nur kleine Spaltbreiten erforderlich sind, um ein zuverlässiges Signal zu erhalten.

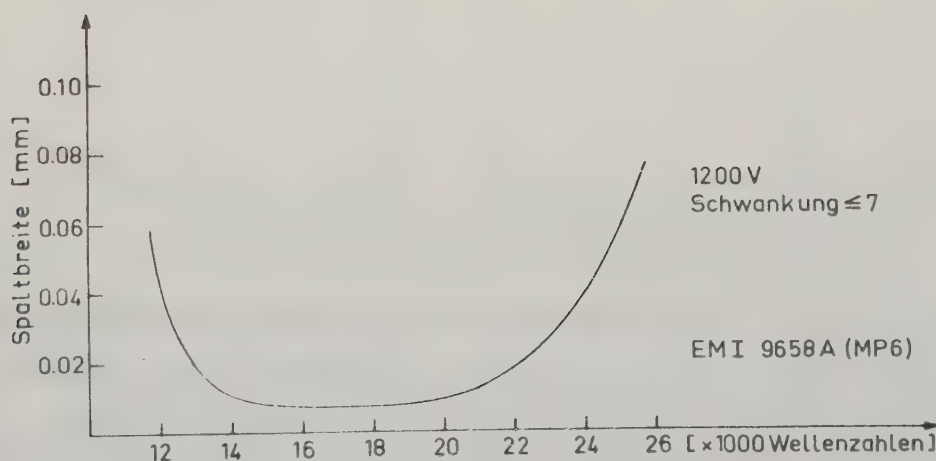


Abb. 64

b) Aufnahme der Spektren

Da die Messung des Polarisationsgrades digital durchgeführt wird, zeichnet der X-Y-Schreiber treppenförmige Kurven. Abb. 65 zeigt ein solches Polarisationsgradspektrum. Für die weitere Verwendung werden die Stufen natürlich durchgezeichnet, so daß die üblichen Spektren entstehen. Dabei ist zu beachten, daß die Meßwerte für die jeweiligen Wellenzahlen am linken Ende der waagrechten Striche liegen.

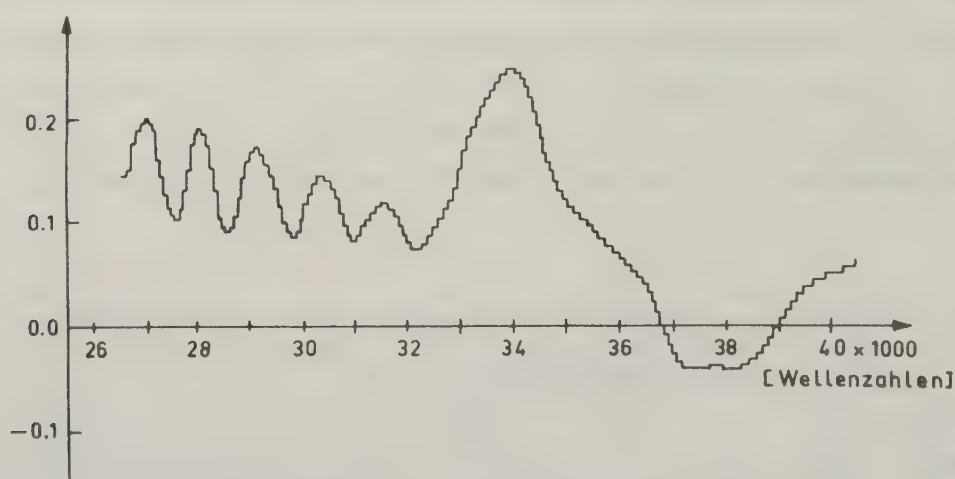


Abb. 65. APF-Spektrum von Benzophenon in Äthanol bei $t = -183^{\circ}\text{C}$.
Die Konzentration beträgt $c = 10^{-2} \text{ mol/l}$.

Die Testmessungen wurden an drei Substanzen vorgenommen: Anthracen, Phenanthren und Benzophenon. Die Spektren dieser Verbindungen sind veröffentlicht in /22/ bzw. /23/ bzw. /9/. Sie sind in den Abb. 60 bis 62 gestrichelt gezeichnet. Die Polarisationspektren, die vollautomatisch aufgenommen worden sind, erscheinen in den Abbildungen durchgezogen. Man sieht, daß die Übereinstimmung recht gut ist. Die Auflösung der Schwingungsstrukturen ist an einigen Stellen besser geworden. Das liegt daran, daß die Spaltbreiten trotz Einsatz eines dritten Polarisators enger gewählt werden konnten. Die Spaltautomatik ermöglichte es, mit möglichst geringer Breite, also mit möglichst guter Auflösung, zu arbeiten.

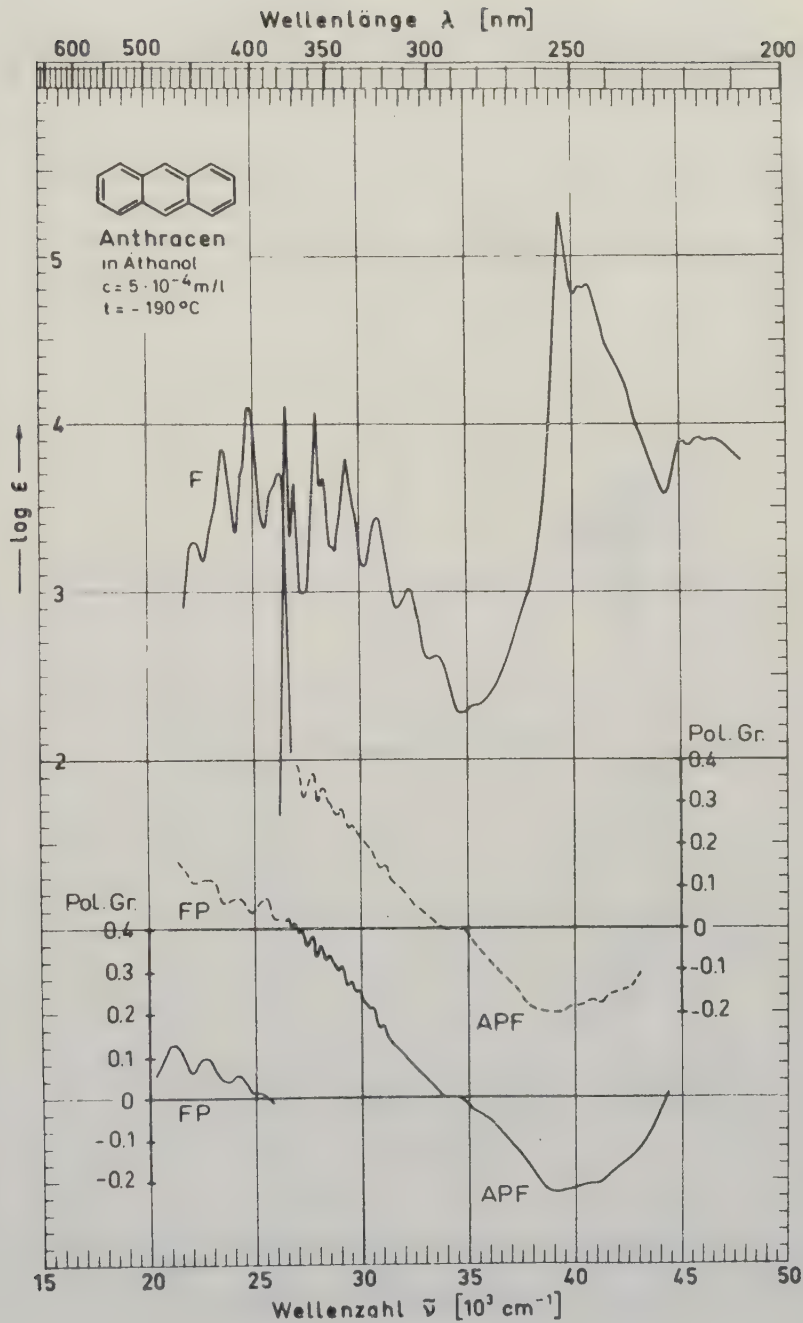


Abb. 66 Anthracen in Äthanol. Die durchgezogenen APF- und FP-Spektren sind vollautomatisch aufgezeichnet. Die übrigen Spektren sind der Literatur entnommen.

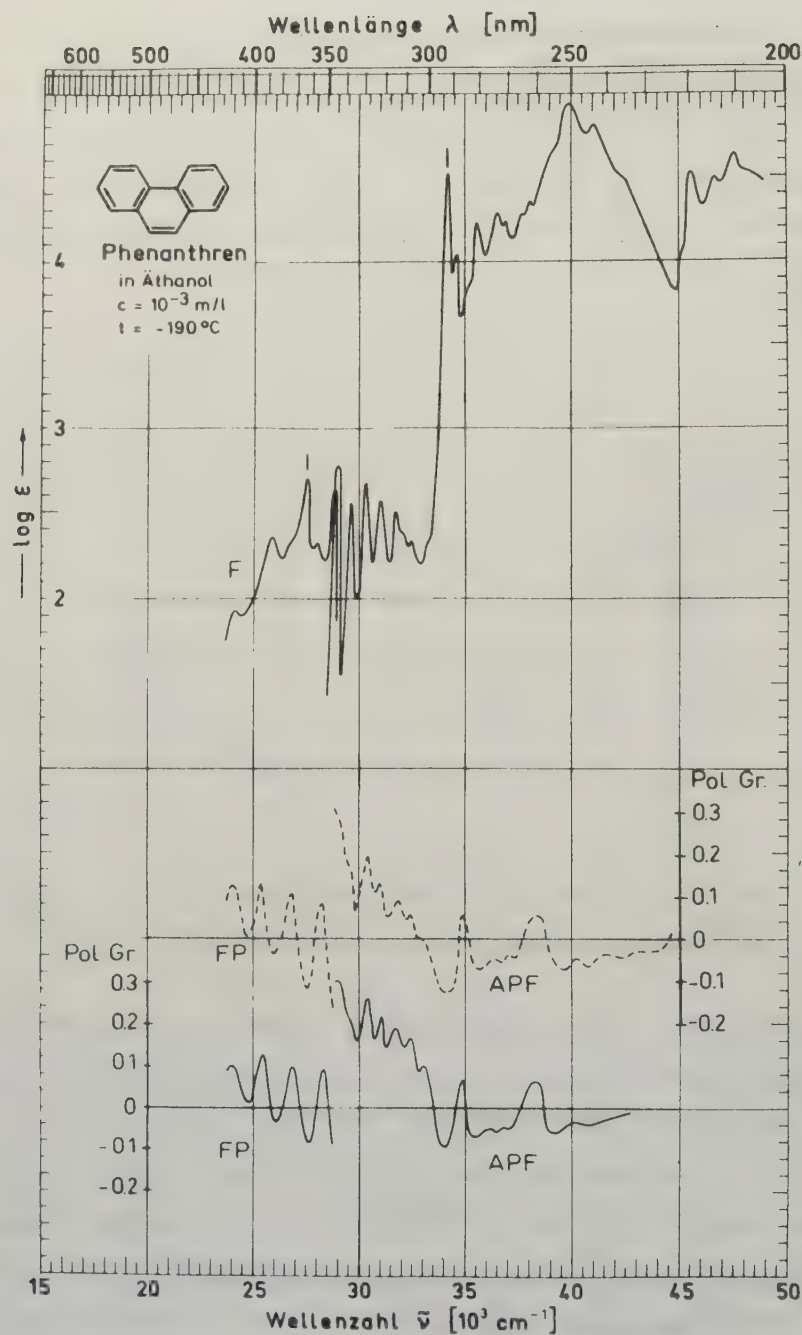


Abb. 67 Phenanthren in Äthanol.

Die durchgezogene APF- und FP-Spektren sind vollautomatisch aufgezeichnet. Die übrigen Spektren sind der Literatur entnommen.

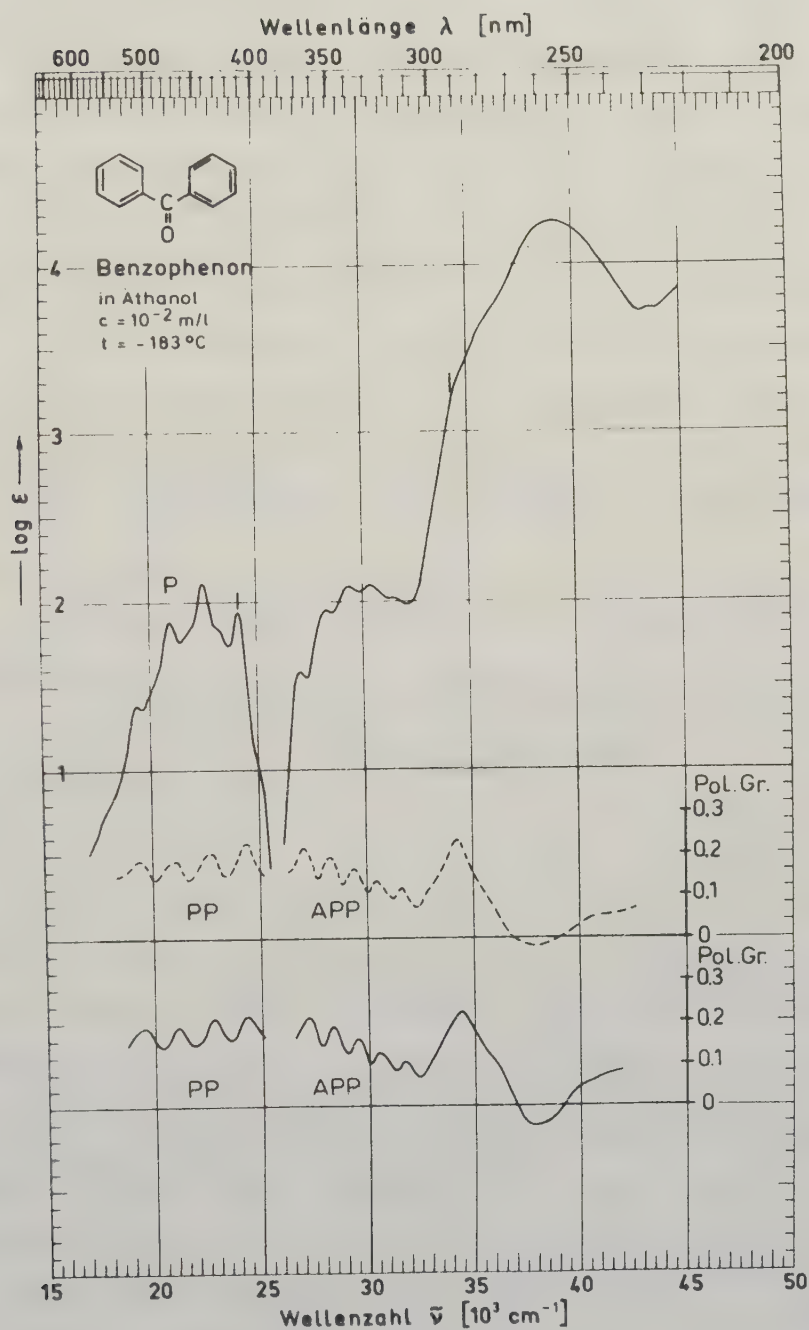


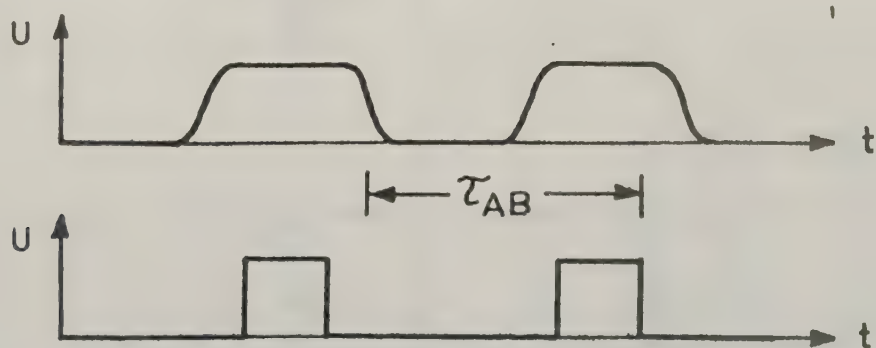
Abb. 68. Benzophenon in Äthanol.

Die durchgezogenen APF- und FP-Spektren sind vollautomatisch aufgezeichnet. Die übrigen Spektren sind der Literatur entnommen.

7. Phosphoroskop

Bei manchen Verbindungen überschneiden sich teilweise die Emissionsspektren der Fluoreszenz und Phosphoreszenz. Es ist daher oft wünschenswert, ein Phosphoroskop zur Verfügung zu haben, mit dem Phosphoreszenzen und Fluoreszenzen getrennt gemessen werden können. Das Prinzip ist sehr einfach: Durch eine rotierende Blende wird das Anregungslicht regelmäßig unterbrochen. Während der "Dunkelphase", wenn also die Probe nicht bestrahlt wird, können nur Phosphoreszenzen auftreten. Mißt man daher während der Dunkelphase, so werden nur Phosphoreszenzen registriert.

Die Intensitätsmessungen erfolgen durch einen Photonen-zähler. Mit ihm lassen sich auch noch extrem schwache Lumineszenzen nachweisen. Die folgende Abbildung 69 zeigt die Wirkungsweise des Phosphoroskops.



Zur Wirkungsweise des Phosphoroskops

Abb. 69

In der oberen Zeile ist das Signal gezeichnet, das am Multiplier entsteht, wenn eine Substanz verwendet wird, die nur fluoresziert. Der Anstieg bzw. Abfall des Signals sind nicht senkrecht, da die Sektorenblende eine bestimmte Zeit benötigt, um den Lichtstrahl aus- bzw. einzublenden. In der unteren Zeile sieht man das Referenzsignal, das eine Photodiode an der Sektorenblende erzeugt. Breite und Phase dieses Signals lassen sich durch den Photonen-zähler beliebig einstellen. Während das Referenzsignal auf H-level liegt, werden die Photonen abwechselnd in die beiden Kanäle A und B gezählt. Der Inhalt des Kanals A gibt die Intensität der Lumineszenz an, während der Inhalt von Kanal B nur die Intensität der Phosphoreszenz anzeigt. Registriert man die Zählrate B, so gibt sie die relative Intensität der Phosphoreszenz an.

Wie man Breite und Phase des Referenzsignals einstellt, hängt von der Steilheit der Flanken des Meßsignals ab. Erfahrungsgemäß wählt man das Referenzsignal so wie es in der Abbildung gezeichnet ist.

Auf diese Weise lassen sich Phosphoreszenzen mit einer Abklingdauer bis zu 10^{-3} sec messen. Die Mindestabklingdauer ist in der Abb. 69 durch τ_{AB} dargestellt. Sie entspricht etwa der Zeit, die die Sektorenblende für 1/8 Umdrehung benötigt. Bei einer Umdrehungsfrequenz von $1000/60 \text{ sec}^{-1} = 166 \text{ sec}^{-1}$ ergibt sich für $\tau_{AB} = 1/8 \times 1/166 \cdot \text{sec}^{-1} \approx 10^{-3} \text{ sec}$. Da der Photonen-zähler die Zählraten der beiden Kanäle auch voneinander subtrahieren kann, lassen sich ebenfalls Fluoreszenzen getrennt messen. Zu diesem Zweck ist nur A - B zu registrieren, d.h. die Zählrate der Lumineszenz minus der Zählrate der Phosphoreszenz.

Zum Test des Phosphoroskops wurde die Lumineszenz einer Mischung zweier Verbindungen gemessen. Es handelte sich dabei um Triphenylen /24/ und Anthracen /22/. Die Phosphoreszenz von Triphenylen liegt ungefähr im selben Spektralbereich wie die Fluoreszenz von Anthracen. Die Anregungsenergie beträgt bei beiden Substanzen etwa 32000 Wellenzahlen. Außerdem liegt die Phosphoreszenz von Anthracen unterhalb 14700 Wellenzahlen /25/, also stark getrennt von der Phosphoreszenz von Triphenylen. Ebenso verhält es sich mit der Fluoreszenz beider Substanzen. Triphenylen fluoresziert oberhalb 28300 Wellenzahlen, Anthracen unterhalb 26000 Wellenzahlen. Diese beiden letzten Voraussetzungen müssen erfüllt sein, da man die Summe des Phosphoreszenz bzw. Fluoreszenz mißt. Abb. 70 zeigt das Ergebnis der Messungen und bestätigt die Leistungsfähigkeit des Phosphoroskops.

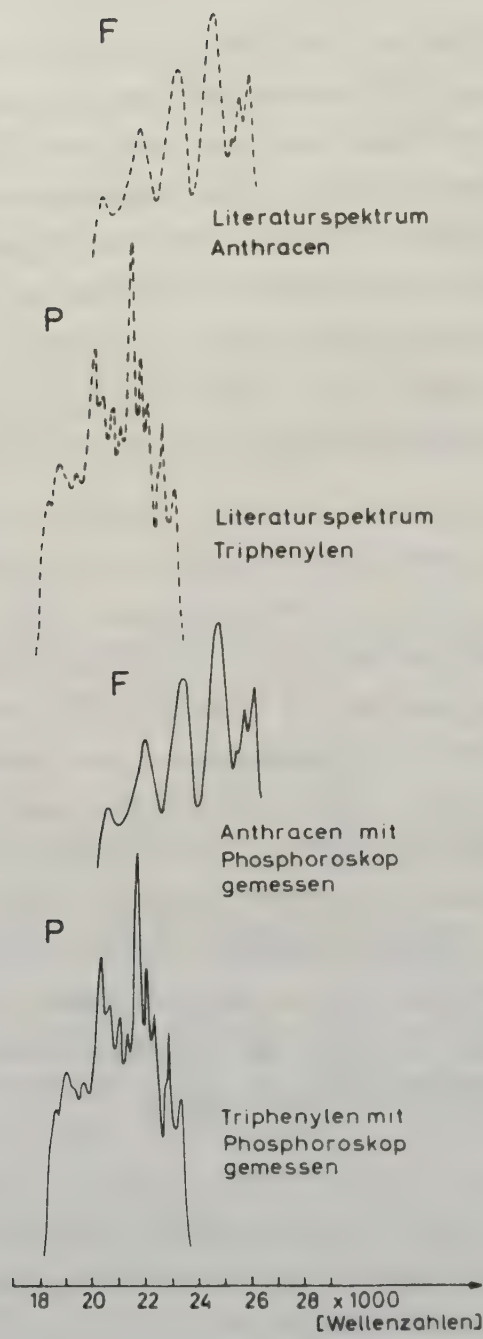


Abb. 70 Fluoreszenz- und Phosphoreszenzspektren
von Anthracen und Triphenylen.

C. Zusammenfassung

Es wurde ein registrierendes Polarisationspektrometer gebaut. Die Meßanordnung des Spektrometers gestattet es, den Polarisationsgrad elektronisch aus der Phasenlage des Meßsignals gegenüber einem Referenzsignal zu ermitteln. Es wurde zunächst eine Schaltung entworfen, die aus dem stark verrauschten Meßsignal, das am Multiplier entsteht, eine Rechteckwelle konstanter Amplitude erzeugt. Die dazu erforderlichen Schaltkreise bestehen im wesentlichen aus Tiefpässen, aktiven Filtern, Verstärkerstufen und einem hysteresefreien Schmitt-Trigger. Dabei war darauf zu achten, daß die Phasenverschiebung zwischen dem Originalsignal und der Rechteckwelle konstant bleibt, insbesondere nicht von der Höhe des Eingangssignals abhängt. Durch Verwendung einer digitalen Zähltechnik, deren Kernstück ein synchroner Vorwärts-Rückwärts-Dezimalzähler ist, gelang es, die Phasenverschiebung zwischen Rechtecksignal und Referenzsignal genau zu bestimmen.

Um ein vollautomatisches Registrieren des Polarisationsgrades zu ermöglichen, mußte der verwendete Zeiss-Monochromator mit einem elektrischen Wellenlängenvorschub ausgerüstet werden. Damit die Spektren unverzerrt auf einem X-Y-Schreiber aufgezeichnet werden können, müssen die Wellenzahlen auf dem Schreiber linear aufgetragen werden. Die im Handel erhältlichen Vorschübe erfüllen jedoch diese Anforderung nicht, da die Mechanik des Monochromators nicht linear arbeitet. Deshalb wurde ein vollautomatischer Wellenlängenvorschub entwickelt, der die Wellenzahlenskala linear durchfährt. Die Information über den jeweiligen Stand der Wellenzahl entsteht durch die Zählung der auf der Monochromatorskala eingravierten Striche. Schwierigkeiten entstanden dabei durch die unterschiedliche Skaleneinteilung in den verschiedenen Wellenzahlenbereichen. Durch die mögliche Wahl verschiedener Betriebsprogramme läßt sich der Betriebsablauf des automatischen Wellenlängenvorschubs der jeweiligen Meßart anpassen. Ebenso läßt sich der Vorschub in Verbindung mit anderen Monochromatoren oder mit anderen externen Einheiten (z.B. Computer) einsetzen.

Um eine möglichst gute Auflösung der Spektren zu erreichen, wurde ein vollautomatischer Spaltantrieb für den Monochromator gebaut, der in Abhängigkeit der Amplitude des Meßsignals eine möglichst geringe Spaltbreite einstellt. Die Regelung erfolgt durch Vergleich der Istspannung mit der Sollspannung. Die Sollspannung kann in weiten Grenzen eingestellt werden.

Somit steht ein Polarisationspektrometer zur Verfügung, das ein vollautomatisches Registrieren des Polarisationsgrades von Fluoreszenzen und Phosphoreszenz ermöglicht. Das bisherige punktweise Ausmessen eines Spektrums erforderte mehrere Stunden Zeit, während die neue Apparatur schon nach einigen Minuten ein Übersichtsspektrum und nach etwa 30 bis 40 Minuten das genaue Spektrum liefert. Zur Prüfung der Apparatur wurden die Spektren einiger Verbindungen aufgenommen, deren Verlauf aus der Literatur bekannt ist. Es zeigte sich volle Übereinstimmung mit den bekannten Spektren.

Um im roten Spektralbereich noch befriedigende Meßresultate zu erhalten, wurde die Apparatur mit einer Kühlkammer und mit einem geeigneten rot-empfindlichen Fotomultiplier ausgerüstet. Mit diesem gekühlten Multiplier lassen sich Spektren bis etwa 12500 Wellenzahlen ohne Schwierigkeiten ausmessen.

Mitunter überschneiden sich die Emissionsspektren von Fluoreszenzen und Phosphoreszenzen teilweise. Durch den Bau eines Phosphoroskops wurde es möglich, Fluoreszenz- und Phosphoreszenzspektren getrennt zu messen. Mit der Anordnung können Phosphoreszenzen mit einer Lebensdauer $t > 10^{-3}$ sec abgetrennt werden. Zum Test wurde die Lumineszenz einer Mischung zweier Substanzen, deren Fluoreszenz bzw. Phosphoreszenzspektrum im selben Spektralbereich liegen, untersucht. Die Ergebnisse zeigen die Funktionsfähigkeit des Phosphoroskops.

Literaturverzeichnis

- /1/ F. Dörr u. M. Held, Angew. Chem. 72, 287 (1960)
- /2/ W. Kuhn, H. Dührkopp u. H. Martin, Z.phys.Chem. B45, 121 (1939)
- /3/ F. Dörr, Angew. Chem. 78, 457 (1966)
- /4/ E.W.Thulstrup and J.H.Eggers, Chem.Phys.Lett. 1, 69o (1968)
- /5/ E.W.Thulstrup, J.Michl and J.H.Eggers, J.Phys.Chem. 74, 3868 (1969)
- /6/ A.S.Dawydow, J.exp.theoret.Physik 18, 21o (1948); 21, 673 (1951)
- /7/ R. KräBig, Diplomarbeit, Freiburg (1969)
- /8/ P.P.Pheophilow, The Physical Basis of Polarized Emission. Consultants Bureau, New York 1961
- /9/ J. Dehler, Dissertation, TH München (1965)
- /10/ H. Richter, Praxis der integrierten Schaltungen, Franck'sche Verlagsbuchhandlung, Stuttgart (1970)
- /11/ The Integrated Circuit Catalog, Texas Instruments
- /12/ H.J.Siegfried, Elektronik 8, 267 (1970); 9, 311 (1970); 1o, 347(1970); 11, 383 (1970); 12, 425 (1970)
- /13/ W. Schaufelberger, Operationsverstärker und ihre Schaltungstechniken, Kontron
- /14/ Tobey and Graeme-Hudsmen, Operational Amplifier, Mc Graw-Hill Book Company, New York (1971)
- /15/ U. Tietz u. Ch.Schenk, Halbleiterschaltungstechnik, Berlin-Heidelberg-New York (1974)
- /16/ N.Nessler, D.Fritz, Elektronik 9, 319 (1974)
- /17/ H.Beckstein, Elektronik 12, 36o (1969)
- /18/ Doktor u.Steinhauser, Digitale Elektronik, Deutsche Philips GmbH (1970)
- /19/ Das TTL-Kochbuch, Texas Instruments Deutschland GmbH (1972)
- /20/ Daniel H.Sheingold, Nonlinear circuits handbook, Analog Devices Inc. (1974)
- /21/ Datenblatt für EMI-Multiplier
- /22/ H.Zimmermann u. N. Joop, Z. Elektrochem. 64, 1217 (1960)
- /23/ J.Deehler u. F.Dörr, Z. angew.Physik 19, 147 (1965)
- /24/ F.Dörr u. H.Gropper, Z. Elektrochem., Ber. Bunsenges. physik. Chem. 67, 193 (1963)
- /25/ John B. Birks, Photophysics of Aromatic Molecules, London (1970)

Lebenslauf

Am 16. 1. 1944 wurde ich als Sohn des Textilkaufmanns Josef Bergmann und seiner Ehefrau Änne, geb. Günther in Steinheim/Westf. geboren. Im Jahre 1948 zogen meine Eltern mit mir nach Osnabrück, wo ich die Grundschule und später das Gymnasium Carolinum besuchte. Da ich mich sehr für technische Zusammenhänge interessierte, absolvierte ich nach der Mittleren Reife Ostern 1961 ein zweijähriges Industriepraktikum bei den Klöckner-Werken in Osnabrück, um die Voraussetzungen für den Besuch einer Ingenieurschule zu erfüllen. In dieser Zeit stellte sich heraus, daß meine Neigungen doch mehr auf theoretischen Gebieten lagen. Deshalb entschloß ich mich, die Gymnasialzeit fortzusetzen. Im Februar 1966 bestand ich das Abitur und begann mit dem Studium der Mathematik und Physik an der Universität Freiburg. Im Dezember 1971 legte ich die Diplomphysikerprüfung ab.

Meine Diplom- und Doktorarbeit führte ich am Institut für Physikalische Chemie bei Prof. Dr. H. Zimmermann aus.

Seit Januar 1972 bin ich wissenschaftlicher Mitarbeiter am Institut für Physikalische Chemie.

